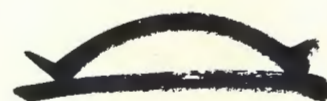


平成3年度

研究報告

技術情報別冊

REPORTS OF
WAKAYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER



WINTEC

和歌山県工業技術センター

目 次

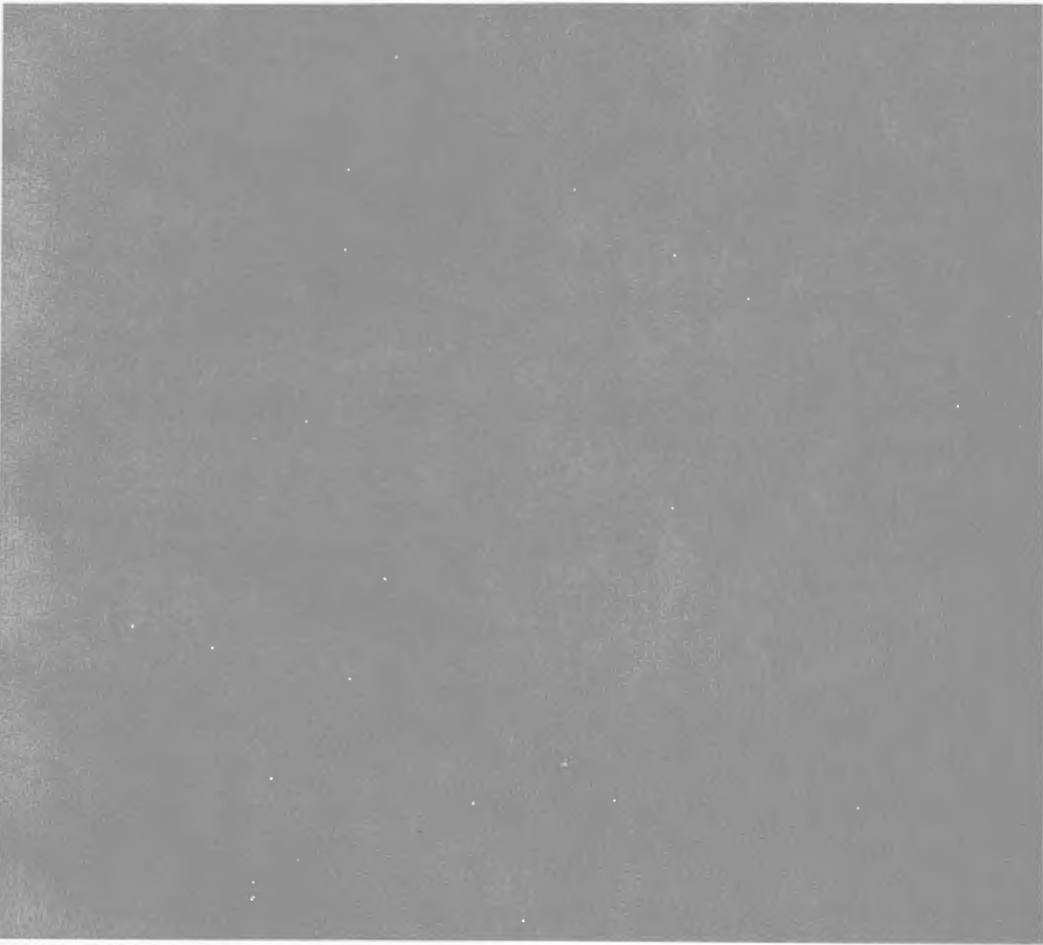
1. 報 文

ニット総合管理システムの開発	1
山本 芳也、平田 重俊、上川二三雄	
編み立て・染色加工総合管理システムの試作	4
大萩 成男、上川二三雄、山本 芳也、中村 芳生	
反応染料を用いた Dip - Nip - Batch による皮革染色	7
大萩 成男、古田 茂、谷 正博	
数値制御サーボ駆動機構におけるシステムゲインと位置制御精度 - 実験的解析 -	10
古田 茂、東本 暁美、渡辺 俊明	
数値制御サーボ駆動機構におけるシステムゲインと位置制御精度 - 理論的解析 -	13
古田 茂、東本 暁美、渡辺 俊明	
減圧による染色（第1報）	16
田村 禎男	
低温プラズマによる綿繊維のウォッシュ アンド ウェア加工	19
久保田静男、伊藤 修	
尿素樹脂-ジメタクリレート系ポリマーアロイの合成	22
伊藤 修、久保田静男	
駆動用ベルトの粘着物の分析	25
中岡 忠治	
清酒製造工程よりの廃活性炭利用による染色排水処理	27
中岡 元信、中岡 忠治、由良 好史、三原 英子、前田 龍一、田村 禎男	
梅酒の高品質化に関する研究（3）- バイオリアクターによる生産 -	29
高辻 渉、池本 重明、阪口 奉平、南 広己	
キャップパッキンの画像処理による面積測定	32
岡本 良作	
画像処理システムを用いた煎餅焼き上がり欠陥の自動識別に関する研究	34
前田 裕司	
画像処理による微小機械部品の寸法検査装置の開発	37
新山 茂利	
定尺寸材料のきりだしに関する計算アルゴリズムについて	40
石野久美子	
ニューセラミックスの成形評価技術研究	43
田口 義章、澤田 俊彦、小畑 俊嗣	
セラミックス原料の調整法の研究（II）	46
小畑 俊嗣、澤田 俊彦	

2. 概 要

ウェットホワイティング屑からのゼラチン製造に関する研究	49
元吉 治雄、谷 正博、白井 邦郎	

皮革の風合い改善Ⅱ（国際的に通用する皮革素材の研究開発）	50
－革の官能特性と化学組成及び機械的特性との関連性－	
元吉 治雄、石原 矩武	
アミノホスファゼンを硬化剤に用いたエポキシ樹脂の合成	51
久保田静男、伊藤 修、下林 則夫	
カリックス〔4〕キノンとカリックス〔4〕ヒドロキノンの合成とそのNMR挙動	52
谷口 久次、野村 英作、森田 豊、阿河 利男	
ジクロロカルベン反応におけるタコ型カリックスアレーンの触媒作用	53
野村 英作、谷口 久次、大辻 吉男	
金属破壊原因調査研究－ステンレスボルト破壊原因調査－	54
中村 嵩	
画像解析システムを利用した計測の事例研究	55
林 健太郎	
3. 外部発表リスト	57



報 文

ニット総合管理システムの開発

山本 芳也* 平田 重俊* 上川二三雄*

要 旨

ニット工場において、編立指示書とともに反別のバーコードラベルを発行し、出荷迄の生産情報等をホストコンピュータで管理する安価なシステムの開発を実施した。この編立指示書により、前報の自動度目調整システムの編地条件を入力すれば所定の生地が編成できるニット総合管理システムの開発を試みた。また、編立指示書は自動的にファイルされ、染色加工等のファイルと合体し、互いに検索できるようにした。現システムは、現在実際工場において、稼働試験を実施している。

1. はじめに

顧客ニーズの多様化、新興工業国の進出、人手不足等、昨今のニット生地製造業界を取り巻く環境は変動期を迎えている。最近の多品種少量生産体制への移行、商品サイクルの変化による納期の変動等により、経営者、工場管理者、現場管理者にとって、より迅速に正確な判断を下すことが重要になってきた。本県ニット業界においては、オフィスオートメーション化については着実に進みつつある。しかしながら、工場内の生産工程管理のオートメーション化については、各社各様の生産形態の違い等種々の理由により、導入の希望が有るにもかかわらず一行に進まないのが現状である。そこで、地域システム技術開発事業の一環として編み立て指図書から、検反、計量、在庫、出荷迄の生産工程情報をホストコンピュータで元管理し多品種少量生産短納期への対応、高品質化の実現を目指すシステムの開発をし、業界への普及を目的として開発を実施した。また、前報のニット度目調整システムのコントロールユニットにコンピュータを接続し、希望の度目等をキー入力することにより自動に編機を調整する事、自動編立て指示書をファイルすることにより、検索することが可能な総合管理システムにすることが出来た。

2. システム開発の目的

本システムの開発は、メリヤス生地編み立て工程における生産管理（生機の在庫、品質等の把握）を通して、次の2点を目的として行う。

- i) 不良品（B、C反）の早期発見
- ii) 多品種小ロット化への対応

3. 設計の方針

以下の基本方針に従って設計する。

- i) 生機の品質は、検反時において把握する。
- ii) 工場内での生機の管理は、生機品番、生機反番、編み立て機台Noでおこなう。
- iii) 工場内では、受注、単価に関する情報を取り扱わない。
- iv) リカバリーの方法としてマニュアルでの操作を考慮する。
- v) 糸の在庫量、糸と生地のバランスの把握については考慮しない。
- vi) 各社への導入を考慮して、プログラムの変更、追加に対応できるシステムとする。

4. システムの機能

- i) 生機在庫量の把握
- ii) 生機の進行状態の把握
- iii) 編機の稼働率の把握
- iv) 編機別、担当者別、生機品番別のB、C反発生率の把握
- v) 生機品番別、編機別の仕掛量の把握
- vi) 編機別、担当者別、生機品番別の生産量（反数）の把握

5. システムの流れ

システムの概要を流れ図で示したのが図1である。ホストコンピュータにより、編み立て指示を入力すると、編み立て指図書と共に編成反数枚のバーコードラベルが発行されます。工場では、指図書に従い編成し、一反編成ごとに生機の最終位置にバーコードを貼付する。集荷場では、バーコードリーダーにより編立者および生目反番等を読み、データーをホストコンピュータへ転送する。次に、検反端末から検反結果

* 繊維木工部

を入力し、計量端末からは計量結果を入力する。これらの情報は逐次集計され、モニタリングされる。また、出荷指示により検反報告書、出荷案内書を発行すると同時に処理されて在庫管理を行うシステムである。

6. システムの構成

標準的なシステムの構成を図2に示した。ホストコンピュータおよびプリンター（日本語プリンター、バーコードプリンター兼用）、集荷場端末、検反端末、計量端末を通信回線（RS-422）で結んでいる。集荷場端末2台、検反端末5台、設量端末2台まで可能なシステムにしている。

7. ハードウェアの各ユニットについて

7.1 ホストコンピュータ

パーソナルコンピュータNEC PC-9801 DA7 CPU32ビット、メモリー1.6MBHD D100MBおよび増設メモリーPIO-PC34FX-8MA EMSプラス増設RAMボー8MBを使用した。

7.2 プリンター

LIPS言語対応プリンターとしてキャノン(株)製LBP-B406Sを使用し、プリンターバッファーにはプリンター切り替え機能付き、記憶容量2MBのメルコ(株)製HWP-2000を採用した。

7.3 集荷場端末

集荷場端末の概観を写真1に示す。

このように本端末はバーコードリーダーと本体から成っている。本体の反番表示部、生機品番表示、編立機台表示部は読み込まれた反番ラベルの内容が表示される。他に、反番ラベルが読めなかった場合、あるいは時刻合わせを手動で行うとき使用するデジタルスイッチ、編ち立て者を表示する編み立て者表示部、完了ボタン等から成っている。本端末の記憶容量は、500反/台である。

7.4 検反端末

検反端末の概観を写真2に示す。

このように本端末はバーコードリーダーと本体から成っている。本体の反番表示部、生機品表示部、編立機台表示部、編立担当者表示部、検反担当者表示部は読み込まれた反番ラベルの内容および入力された内容が表示される。ほかに、疵原因ボタン（個数表示）、疵原因マイナスボタン、A反、B反、C反選別ボタン、検反完了ボタン、デジタルスイッチ等から成っている。本端末の記憶容量は、200反/台である。

7.5 計量端末

計量端末、バーコードリーダーおよび計量器で構成されている。

反番表示部、生機品番表示部、編立機台表示部は反番ラベルから表示される。また、計量値は秤量器から直接入力され表示される。

ほかに、デジタルスイッチボタン、計量完了ボタン等が設置されている。なお、本装置の記憶容量は、500反/台である。

以上各端末の通信仕様は、伝送方式EIA-RS422に準拠、同期方式調歩同期、通信速度4800bps、データビット長8bit、パリティ偶数、ストップビット1bit、伝送コードASCIIを使用している。

8. ソフトウェア

開発言語およびOS、ツール構成を表1に示す。

8.1 バーコードラベル

バーコードプリンターにより出力されるバーコードラベルのレイアウトを図8に示した。生地へ直接貼付出来る様接着剤を施したペーパーを使用している。

8.2 入出力関連

本システムの入出力関連の概略を図7に示す。

8.3 画面表示

本システムでは、月次処理メニューなど約30画面を用意している。

9. 終わりに

以上のシステムは昭和62年から63年にかけて和歌山ニット工業組合青年部会の方々により連日の熱心な討議の中から得られたアイデアを基に開発されたものである。本県ニット業界の各企業が本システムを基に独自のシステムを作り上げて頂ければ幸いです。本システムは、アイレス電子(株)、アサカムコンピューターシステム(株)の委託事業で完成したものであり現在実際工場で稼働試験中である。

参 考 文 献

1) 平成元年度和工技報告P1

送りテープ速度制御機構（特公平3-72738）

言 語	MS-C最新バージョン
O S	MS-DOS Ver3.3C
ツール	日本語辞書ATOK6,7 両面制御用ドライバーiiiランタイムルーチン バーコード印刷ドライバー bC-1 ファイル制御ドライバーBtrieve 通信制御ドライバーConnect232C メモリー制御ドライバーISO-10STD DOSユーティリティD.H.TOOL

表1 開発言語、OS、ツール

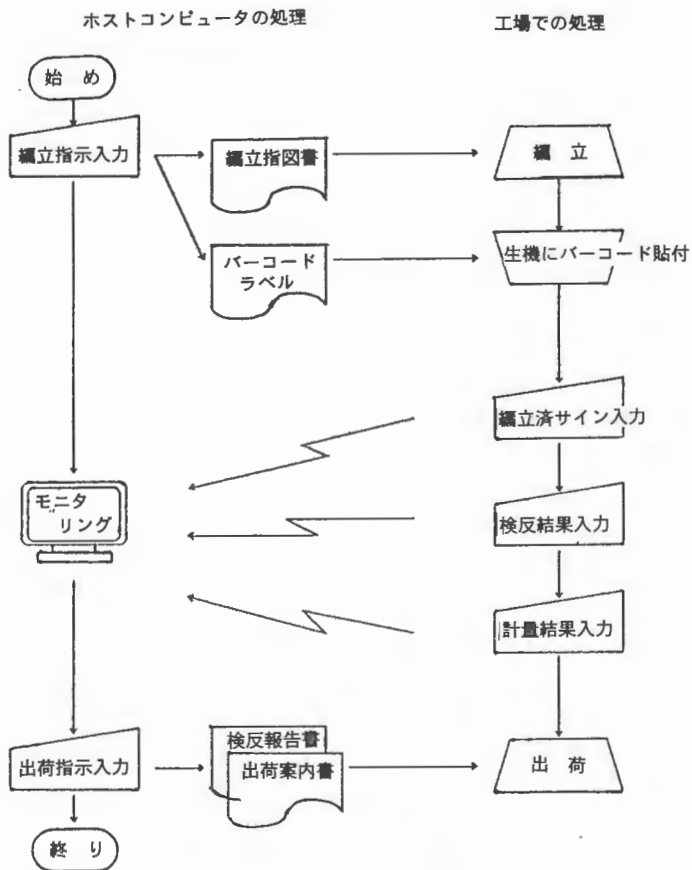


図1 システムの概要

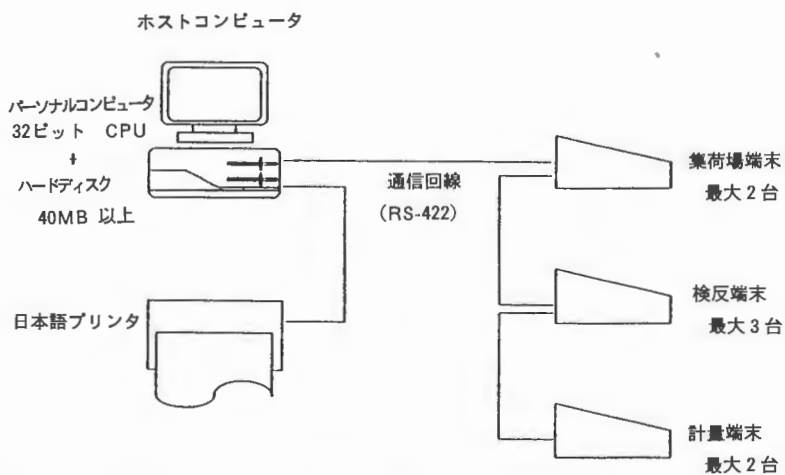


図2 標準的なシステムの構成



写真1 集荷場端末



写真2 検反端末

編み立て・染色加工総合管理システムの試作

システム開発技術研究プロジェクトチーム

大萩 成男* 上川二三雄** 山本 芳也** 中村 芳生***

要 旨

ニット生地編成・染色加工工程において、「編み立て設計書システム」、「染色加工工程指図書システム」を試作した。両者は共通するファクターを介して、検索出来るシステムとして設計されている。本システムを利用することにより、〔編み立て〕あるいは〔染色加工〕おのおの立場において、管理項目や加工素材あるいは加工実績を入力・保存することが可能になり、クレームやトラブル発生時の原因解明やその処理に有効であることが期待される。

1. はじめに

システム技術開発では、丸編み生地製造工程ならびに染色加工工程の合理化を推進するため、熟練技術者が有する作業上のノウハウをできるだけ一般性のあるシステムとして置き換えて処理する方法について検討を行ってきた。

編み立てシステムでは、既存編み機に対する編み条件などのコンピューター制御あるいは編み機構のメカトロニクス化、さらに編み機の効率的な運転管理等の改良を基本とした。また、染色加工フレキシブルシステムにおいては、今日では一般化しているCCM・CCS・CCK等のコンピューター利用機器の高機能化や、CGによる画像処理技術あるいは先端的な出力機のプリント加工への応用などを検討してきた。

その結果、両者において実験段階、一部においては実用段階での効果が確認されるに至った。こうした検討を通じて、これまでは比較的整理される機会の少なかった「編み立て情報」や染色加工における「着色加工・色彩情報」がデータとして、与えられるようになってきた。

ニットと染色加工場との技術あるいは生産上の関係は日常的なものではないが、それだけに一日トラブルなどが生じた場合には、必ずしも良好な解決手段が存在するとはいえないのが現実である。こうした問題は、対象となる糸・ニット生地等の製品に対する生産履歴や性能諸元の管理の不備や、そうした情報の正確な伝達手段の欠如によって引き起こされることが多い。

このような現状に対して、少しでも明確な問題解決を図るためには、上で述べたような編み立てあるいは染色加工に関する加工・製品情報を各々の立場において蓄積しつつ確認・分析出来る仕組みを構築していくことがまず基本的に必要である。

そして、これらのシステムに別個に保存されたデー

タの中で共通部分について、「編み立て」「染色加工」双方が共有することで、両者が自社の生産管理や相互トラブルの防止あるいはその処理の迅速化等に活かすことが可能になると考えられる。

本「総合管理システム」は、こうした2つの目的にしたがって設計されたものであり、「編み立て」「染色加工」の各々の立場において個別に必要とする管理項目と加工実績を入力・保存する機能と、両者に共通するファクターを同一形式でデータとして共有する機能を有するものである。

2. システムの概要

今回試作された統合管理システムは大きく分類して次の4つのサブシステムで構成されている。

1) 編み立て設計書検索システム〔図1〕

ニット編み立て工程（編み立て設計）を行う際に、実績データを重要なファクターにより保存管理し、検索機能を用いることでリピート受注時に活用したり、クレームあるいはトラブル発生時に問題点の発見や解決に供する。

2) データ変換システム

本システム技術開発研究の成果として、既存のニット編み立て機に組み込まれた生産管理システムで生成されたニットデータデータを、1)の（生機規格）として入力可能なデータに変換し、登録する。

3) 染色加工指図書システム〔図2〕

染色加工に必要な加工指図書を作成する。また、加工実績を素材・加工関連データとして蓄積・保存することで、技術的な実績管理を推進すると共に、検索機能を使用することでリピート・トラブルに対応する。当サブシステムには、浸染あるいはプリント加工に対応した加工実績記録を有している。

4) データ項目設計システム

3)のサブシステムで、染色加工上の素材及び加工関連ファクターの共通部分のマスターファイルを、ユーザーの加工内容に合わせて構成するためのサブシステ

* 皮革分場 ** 繊維木工部 *** (株)MCC

ムである。

3. 主要サブシステムの仕様・機能

3. 1. 編み立て設計書検索システム

当システムでは、次の4つの大分類の中で各種のデータを整理して保存する。過去の実績データについては、

*印を付した項目で多重検索が可能である。

1) 主項目

- * 品番
- * 品名
- * 組織
- * 契約先
- その他（ユーザー独自項目）
- リピート日付

反量

備考

2) 編み機

- * 機種
- メーカ
- 釜径
- ゲージ
- 給糸口
- その他

3) 原糸

- 糸名
- 組織
- 分率
- リングス
- 口数
- テンション

4) 生機規格

- 幅
- 長さ
- 重量
- 目付け
- 引き度目
- リングスメータ

上の項目のうち、4) の生機規格については編み立て総合管理システムの中に保存されたデータが、「データ変換システム」により入力記入される。

3. 2. 染色加工指図書システム

当加工指図書は全体として見たとき、次のような4つのブロックによって構成されている。各ブロックに付随するファクタ（情報）を次ぎに示す。

1) 指図書自体の主項目

- * 作成期日
- 担当者
- * 指図書No.
- * ロットNo.

* 品名

* 加工工程書No.

* デザインNo.

検索履歴

契約先

出荷先

2) 素材関連項目

入荷素材（原反・原糸）

* ○生機品番

* ○生機品名

生機加工所

生機受領日

○入荷生機性量：幅

目付け

度目

数量

出荷製品性量：項目は入荷生機性量と同じ

○印：編み立て設計システムと共通ファクター

3) 加工関連項目

加工形態

加工内容：前処理

浸染方法（またはプリント）

蛍光

特殊加工（樹脂加工など）

加工機No：浸染、プリント、特殊加工

4) 製品関連項目

a. 浸染用

色名

色彩コード（測色値や記号）

加工数量

加工期日

レサيبNo.（ファイル名等）

出荷期日

b. プリント用

版型No.

色数

配色（名）

数量

加工期日

レサيبNo.（ファイル名等）

出荷期日

製品関連項目については浸染（a）あるいはプリント（b）どちらか一方を使用する。

現時点では、*印を付した項目で検索が可能である。これらの項目のいくつかを、浸染関連項目の色コード（測色値）やレサيب（処方）ファイル名などで置き換えて、色彩に関するファクターから指図書や加工実績を検索する機能（CCS：コンピューターカラーサー

チ、あるいはCRS：コンピューターレサンプサーチ）を付加することが可能になる。

4. あとがき

今回のシステム試作にあたっては、上で挙げたファクタをデータとして整理保存することで、自社の加工実績や製品性能を明確に把握し、トラブル等に備えるための方策の1例として指示することも大きな目的と考えてきた。

また、「統合管理」という点については、分業化されている2つの加工業を伴っても企業がほとんど見られない以上、あまり現実的とは言えないかも知れないが、両者のつながりをよりシステマチックに把握する目的で、あえて同一のシステム内に併存させた。

ただ、現実的な問題として、多くの項目をキーボード入力により埋めていくことはそれだけ負担も大きいし、各企業毎に要・不要あるいは欠陥があると思われる。そのような場合には、必要な覧のみを使用するか、

登録項目やファクタの種類あるいは検索項目を適宜変更することが必要になる。

いずれにしてもこの種のシステムは、導入後の使用によって、より充実したものへと成長させていくべきものと言える。そのように考えると、例えば「染色加工指図書システム」などは、色彩数値ファクタの登録やその検索機能の付加により、染色加工以外にも色彩管理を必要とする比較的小規模な企業にも応用が可能と考えられる。

〔付記〕

本システムの試作にあたっては、対象加工業界のルーチン作業で必要とされるファクタやデータを出来るだけもれなく、かつ限られたデータシート内に効率よく納めることに留意した。本ソフトは、こうした意図をよく理解した上で、共同研究者(株)MCC中村氏らスタッフによって作成されたことを付記しておく。

染色加工工程指図書 Na

平成3年11月22日

編み立て設計書				Na			
				リピート日付	反量(kg)		
品番	SK9533-B2			91年07月31日	14		
品名	SK9533-B2						
組織	スムーズ						
契約先	山本メリヤス						
その他							
機種	機種	3FA42...1		(備考) 指図書Na9107002			
	メーカー	フクハラ					
	釜経	30					
	針数	1960					
	ゲージ	24					
	給糸口						
原糸	糸名	組織	分率	レングス	口数	デンジョン	
	a	SKCG30N		50	500	15	8
	b	SKCR30N		50	500	15	8
	c						
	d						
	e						
	f						
生機規格	幅	長さ	重量	目付け	引き度目	レングスマーク	
	90	20	14	30			

図1. 編み立て設計書検索システムの仕様

作成期日										911015		取引契約先		U-ユニット	
作成担当者										S. OH		取引出荷先		S-アパレル	
加工指図書Na										TESTtcsi		生織品番		SK9533-B2	
LotNo										T123456		生織品名		SK9533-B2	
品名										WINTEC-01		生織加工所		山本メリヤス	
検索履歴数										2		生織受領日		911012	
加工工程書Na										TESTGO005		生織性量(荷)		生織性量(出荷)	
デザインNa												幅目付度目数量		幅目付度目数量	
加工形態										ニット(筒)		90 30		20 90 30	
前処理										未処理					
地染										液流染色		地染		12A-1	
プリント												加工機Na		プリント	
特殊加工										シルケット ピリング防止		特殊加工			
驚光										無し					
☆ 浸染項目 ☆															
	色名	色コード	加数	加工期日	レサバ	出荷期日									
1	オレンジ	5 YR 5/10	20	11/02 11/05	K12-O	11/20									
2	ピーチ	4 R 7/4	12	11/05 11/07	K-12PI	11/20									
3															
4															
5															
6															
7															
8															
9															
10															
11															
12															
☆ プリント項目 ☆															
	型Na	色数	酌色	数量	加工期日	出荷期日	特記								
1															
2															
3															
4															
5															
6															
7															
8															
9															
10															
11															
12															

図2. 染色加工指図書システムの仕様

反応染料を用いた Dip-Nip-Batch による皮革染色

大萩 成男* 古田 茂* 谷 正博**

要 旨

皮革の染色に、反応染料のDip-Nip-Batch方式の適用を試みた。得られた染色革は、酸性染料を用いた従来の染色方式と比較して湿潤染色堅ろう度の向上が確認された。また、25℃という低温での静置固着により芯透し染色が可能であることは、エネルギー及び労力の節減などを考慮する時有効であると判断される。ただ、今回実施した条件では反応染料の特徴である透明感ある鮮明な色調が、赤色染料以外には得られなかった。また、染色後の洗浄の程度が湿潤堅ろう度に直接反映するため、十分考慮される必要がある。

1. はじめに

反応染料を用いた各種の染色方法は、セルロース系繊維を中心に広く一般化している。こうした反応染料の1つの特徴は、反応基の種類によって染色挙動（適性染色条件：温度・pH・時間）が様々に変わることである。また、染色物中の未分解染料や加水分解染料を染色後の洗浄工程で十分に取除けば、理論的には高い水準の湿潤堅ろう度が得られることになる。一方、皮革の性能保持の点から見れば、アルカリ条件かつ高温の処理浴中で長く維持することは好ましいことではなく、一般のセルロース繊維染色に用いるような染色条件を、そのまま皮革に適用することは困難である。

こうした両者の条件を考慮し、本実験においては低温・弱アルカリ条件で固着可能なモノクロモノフロルトリアジン型の反応基を有する反応染料による染色試験を行い、その染色適性及び堅牢度について検討した。同時に、通常固着に要する熱の節減を考慮した染色方法として、パッド（ディップ／ニップ）－パッチ法 [Pad(Dip/Nip)-Batch（以下DNBと略）] を採用し、その適用可能性について検討した。

2. 染 色

2. 1. 被染色革

銀付き革：クロム鞣・分割した中牛革を熟成、約1.2 mmにシェービングして、アセトン脱水をした。

床 革：クロム鞣・分割した成牛床革を、5%のクロム鞣剤で再鞣を行い3日間熟成後、約2 mmにシェービングして、アセトン脱水・パフリングをした。

2. 2. 染色方法

今回の染色プロセスでは図1に示すように、従来法（酸性、含金属染料など）と比べ、かなり異なる染色条件が採用したが、主たる相違は次の3点である。

1) 処理浴のpHが、中和から後比較的長時間（パッド [Nip/Dip]、固着 [Batch]、洗浄の間）中性あ

るいはそれ以上の高水準に維持されたままである。

2) 低温固着の場合（25℃、24時間放置）、熱エネルギー・労力をそれほど必要としない。

3) Batch固着については、物理的な攪拌や動きを伴わず複数枚の染色革を重ね静置したままで行う。

薬剤と濃度 [% sol又は% owl]	浴比	温度 [℃]	時間 [min]	pH
水戻し		1:10	40	10
中和 蟻酸ナトリウム	5 g/l	1:5	50	20
炭酸ナトリウム(10%)	X ¹⁾		60	約11.5 ↓ 6.8
絞り	100% (絞り率)			
パディング1 Dip-Nipを2回繰り返す				約10.8
ディップ 染料 ²⁾	4g /l	20	30(sec)	
(Dip) 尿素	50g /l		(Dip中手揉)	
炭酸ナトリウム	3.2g/l			
ニップ	60% (絞り率)			
(Nip)				
中間乾燥 (固着) ³⁾		50	60	
パディング2 (パディング1と同浴を使用)				
パッチ (固着)				
a) 中温		50	60	
b) 低温		25	24 (時間)	
ソービング 非イオン活性剤	1 g/l	1:10	50	20
水洗・湯洗い	流水	40	10	6.7
加脂 ポリ硫酸化油	5% owl	1:5	50	60
蟻酸			10	3.9
水洗			10	

図1 Dip-Nip-Batch 染色プロセス

1) X：炭酸ナトリウム（10%）で所定のpHに調整

2) 染料濃度 パディング浴中 4g/l

使用染料 黄 : Cibacron Yellow F-3R
赤 : Red F-B
青 : Blue F-R
オリーブ : Yellow+Blue
ワイン : Red+Blue
黒 : Remazol Black B

3) 中間乾燥 (固着) : 染色色濃度を確保するためにこのプロセスを挿入した。

* 皮革分場 ** 繊維木工部

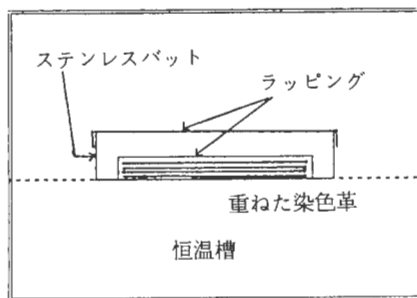
2. 3. 使用機器

- 1) 水戻し、中和、洗浄、加脂：回転ドラム型染色試験機（プログラム温度調節器付き）
- 2) ニップ（絞り）：ニューマチックマシナリ
- 3) パッチ固着：熱風式恒温乾燥器

2. 4. 染色革の静置固着方法

パッチ固着は低温・中温条件両者とも図2に示すようなラッピング状態でいい、処理中は上下の入れ替えや回転、振動等の操作を加えなかった。

図2 パッチ固着方法



3. 結果と検討

上で述べた手順と条件設定にしたがってDNB染色を行い、得られた染色革について測色及び基本的な堅ろう度試験と物性試験を行った。以下、中温固着条件（50℃、60分）の場合についての結果を示す。低温固着条件（25℃、24時間）においてもほぼ同様の結果が得られた。

3. 1. 染色革の色

測色結果から導かれた色濃度及び彩度を表1に示す。今回の方法では赤以外の全ての染色革について期待された色濃度と、反応染料の特徴とされる鮮明な色調が得られなかった。これは、赤以外の染色革の色濃度が6以下であり、彩度が6程度にとどまっていることから確認できる。

表1 染色革の測色値

	マンセル表色値			色材3属性 ^{a)}	
	色相	明度	彩度	色濃度	鮮明度
未染色	4.4B	8.1	0.8	2.01	0.48
赤	4.3RP	4.6	12.0	6.97	4.89
黄	1.7Y	6.7	6.3	5.22	2.88
青	3.7PB	5.6	5.3	5.20	2.17
ワイン	6.9GY	5.7	1.8	4.98	0.74
オリーブ	2.0RP	4.8	6.5	5.95	2.61
黒	4.7PB	3.4	4.2	7.20	1.91
黒（床）	4.9PB	2.5	2.6	7.81	1.37

a) 寺主の色材3属性（HDL＊C）による。

これについては、染色試験革が未染色の状態でクロム鞣により若干着色していること、反応染料のカラーバリエーションが低いこと等の影響も考えられるが、基本的に表面染着（色）濃度が低すぎることに起因している。すなわち、ほとんどの染料では浸透染色しているため単位革面積当りのカラーイールドは高いが、表面色濃度として寄与する厚み（深度）までに存在する染料がきわめて少ないことになる。この要因については、

1) 中和初期あるいは染浴における高いPH条件により、TS置の変化として検出できる程度までは至らないが、革表面部分における酸化クロムのイオン的な不活性化あるいは溶脱が多少とも起こり、表面近傍での先着座席が減少した。

2) 洗浄によって染色革表面部分に存在する吸着染料の多くが除去された。

等の原因が考えられるが今回の試験では分析による定量的確認は行っていない。

3. 2. 染色革の染色堅ろう度

複数判定者の視感評価による染色堅ろう度級値を表3に示した。この他、汗（酸、アルカリ）試験を行ったが、いずれも1～2級のきわめて低い堅ろう度レベルにとどまった。全体の傾向として、繊維の場合と同様に湿摩擦・ウェット洗濯など水湿潤系の堅ろう度がドライな条件の場合に対して劣っていることがわかる。これについては、次のような理由が考えられる。

1) 固着過程において多量の染料が皮革内部（芯部）にまで移行している。

2) 内部浸透した染料の多くの部分が、加水分解あるいは未反応状態のまま残存している。

こうした染料が、洗濯試験液あるいは人工汗液による再膨潤の結果、遊離・脱着し汚染を引き起こしたものと考えられる。このことは、固着操作後の洗浄において多くの染料が脱落（洗浄浴に溶出）していることや、洗浄浴への脱落がなかなか治まらないことから十分予測されることである。

しかし、人工汗液を水に置き換えて、汗試験用ホルダに固定し40℃、16時間処理した場合には、黄色染色革（3～4級程度）以外には汚染があまり認められず、脱落促進のための要因として活性剤・酸・アルカリの効果や物理的振動・「揉み」の効果が大きく寄与しているものと思われる。

翻って考えれば、染色堅ろう度を改善するには、洗浄工程で上述の薬剤や物理的な攪拌を効果的に組み合わせることが必要になる。現実的には、イオン性の活性剤の採用、酸性あるいはアルカリ性条件下での洗浄、洗浄の時間と繰り返し効果、高温洗浄（80℃程度）、さらに攪拌その他の物理的洗浄条件の強化などが考えられる。洗浄の繰り返しについては、本検討では洗浄

表2 染色革の染色堅ろう度

	摩 擦				洗 濯				耐 光
	ドライ		ウェット		ドライ		ウェット		ユープコン
	変退	汚染	変退	汚染	変退	汚染	変退	汚染	20 h
赤	4-5	4	3-4	3-4	4-5	4-5	4	8	3-4
黄	4-5	4-5	4	4	4-5	4-5	4	3-4	3-4
青	4-5	4-5	3-4	4	4-5	4-5	4	3-4	3-4
ワイン	4-5	4-5	4	4	4-5	4-5	4	4	—
オリーブ	4-5	4-5	3-4	4	4-5	4-5	4	4	1-2
黒	4-5	4-5	3-4	3-4	4-5	4-5	4	4	1-2
黒(床)	4-5	4	3-4	3	4-5	4-5	4	4	1

は1サイクルだけであったが、昨年の報告4)では3サイクル繰り返した例もあり、それなりの効果を得ているようである。

いずれにしても、洗浄については対象染色革の厚さと断面方向内部の加水分解あるいは未反応染料の密度が主要なファクターとして考えられ、上で挙げた洗浄条件の効果についても個別の検討が必要である。そして、各々の効果は与えられる染色堅ろう度と他の皮革としての製品性能とのバランスの上で評価されるものと言える。

ただ、「ソーピング」効果についてセルロース繊維の場合と直接比較することは、染色素材や許容される洗浄条件の相違などを考慮した場合、困難である。前者ができるだけ高い温度(90℃以上)で短時間に繊維内部の加水分解・未反応染料を封鎖除去するのに対して、皮革の場合では通常50℃程度ときわめて穏やかな条件が用いられる。これは、純粋に洗浄剤の化学的洗浄効果に期待するものと解釈出来、繊維染色で言うような温度・時間・活性剤等の総合的作用としての洗浄効果が期待できないのは当然かもしれない。

耐光堅ろう度については、染色部族や染色方法によるよりも、その染料母体(染色団)の紫外線吸収特性や光安定性などの耐光性に依存すると考えるのが通常である。従って、紫外線吸収剤を併用することや染料あるいは加脂剤の選択の問題として別途取り扱うべき問題と考えられる。

4. あとがき—DNB染色の効果と問題点

今回用いた反応染料とDNB染色の組合せは、汗に関する堅ろう度以外について、これまでの酸性、重金属染料、直接染料による染色革と同程度あるいはそれよりも若干良好な堅ろう度が得られるものと予測される。また、重ね合わせによる低温バッチ固着においても染色可能であることは、従来法とは異なる染色方法への応用を検討するにあたり、有効な示唆を与えるも

のと考えられる。しかし、本DNB染色では基本的に表面染色濃度が得難いことについて、より効果的な対応策を考慮することも重要な課題である。

染色堅ろう度についても、上で述べたとうり染色革断面方向での染料密度とその濃度勾配および分布というファクターの寄与がきわめて高いと推定される。こうして点については、従来指摘されているように十分な洗浄時間(回数)や物理的手段による対応を考えなければならないが、果してそれだけで可能かどうかは吟味の余地があるように考えられる。むしろ、染色における芯通しの程度を、例えば染浴pHやディップ時間の調整等の手段によって、制御するような方策について検討する必要があるように思われる。

さらに、こうした諸点を考慮する時、DNB法をもう少し厚みの薄いものに適用することで、本来の節エネ・省力効果を期待することがより妥当であるようにも考えられる。

5. 文 献

以下の文献を今回の染色試験を行うに当たり参考にさせていただきました。

- 1) 中川ら;「クローム革の染色堅牢度に及ぼすソーピングの影響」皮革化学、Vol.36, No.4,213,('91)
- 2) 中村ら;「染料の特徴づけと染色堅ろう度」皮革技術、Vol.31, No.1, 14,('89)
- 3) 奥村ら;「革及び革製品の品質規格」皮革技術、Vol.31, No.1, 39,('89)
- 4) 日本皮革技術協会;「皮革の染色技術の研究(Ⅱ)」平成2年度日本皮革産業連合会委託事業報告書、平成3年3月
- 5) 「Cibacron F dyes」技術資料;

C I B A—G E G Y社

数値制御サーボ駆動機構における システムゲインと位置制御精度

— 実験的解析 —

古田 茂* 東本 暁美** 渡辺 俊明**

要 旨

数値制御（NC）サーボ駆動機構におけるシステムゲインと位置制御精度について測定した。測定は、ロストモーションによる位置制御精度誤差、最小設定単位指令値に対する位置制御精度誤差、繰り返し位置制御誤差である。また、クローズドループ制御方式とセミクローズドループ制御方式により測定した。結果は、システムゲインが高くなるほど、位置制御誤差が少なくなった。しかし、繰り返し位置制御誤差には、影響が認められなかった。

1. 緒 言

“位置決め”は、メカトロニクス技術で、なくてはならない要素技術である。特に、ボールねじ・ナット駆動機構による数値制御サーボ駆動機構は、その代表的なものである。そこで、前報では理論的解析を行った。本報告では、実験的解析により、システムゲインと位置制御精度の関係について検討した。

2. 実験方法

2. 1 実験装置

本研究で使用した実験装置を写真に示す。

実験では、NCサーボ実験装置のX軸を使用した。

主な仕様は次の通りである。

位置決めテーブル：NSK社製XY-HS0025-324、ボールネジリード10mm

NCコントローラ：大三工業社製ND-405

モータドライバ：大三工業社製DC6

移動距離検出センサ：キーエンス社製レーザ変位計LC-2000、分解能 $0.5\mu\text{m}$

制御ループ系センサ：セミクローズドループ制御方式
ロータリエンコーダ1,000 [pulse/rev]
(テーブル上1,000 [pulse/10mm] に相当)
：クローズドループ制御方式リニアスケール
：双葉電子工業製光学式リニアエンコーダ500 [pulse/10mm] (テーブル上、モータドライバで2倍し、1,000 [pulse/10mm] とし使用)

2. 2 システムゲインの測定方法

制御系において位置フィードバック信号ラインをきる。次に、FFTアナライザにより、位置指令入力と

して $\omega=0.5$ (rad/sec) 程度の低周波位置指令入力 $V_e(\omega t)=V_{\text{max}}\sin\omega t$ (v)を加える。次に位置指令入力 $V_e(\omega t)$ とモータのタコジェネレータ出力 $V_g(\omega t)$ の増分、 ΔV_e と ΔV_g をFFTで解析しシステムゲインを求める。ここで、システムゲイン K_s は次式のように表すことができる。

$$K_s = \frac{\Delta V_g / K_f}{\Delta V_e / K_p} \quad \begin{array}{l} K_f : \text{速度フィードバックゲイン} \\ K_p : \text{位置フィードバックゲイン} \end{array}$$



写真 実験装置

2. 3 システムゲインに対する位置制御精度 の測定方法

クローズドループ制御方式とセミクローズドループ制御方式で、システムゲイン K_s (ダイヤル値)変化による各項目の位置制御精度を、レーザ変位計により測定した。

以下、各測定方法を示す。

2. 3. 1 ロストモーションによる位置制御精度 の測定方法

この測定は、ある任意の1点への正の向きでの位置決めによる停止位置と、負の向きでの位置決めによる

* 機械電子部 ** 近畿大学理工学部

停止位置との差を測定した。

さらに、NCコントローラのバックラッシュ補正機能を働かせた場合の、ロストモーションによる位置制御精度誤差を測定した。

2. 3. 2 最小設定単位指令値に対する位置制御精度誤差の測定方法

この測定は、最小設定単位指令に対する実際の動きとの最大値を測定した。

2. 3. 3 繰り返し位置制御精度の測定方法

この測定は、同じ方法によって位置決めしたときの、位置の一致の程度を測定した。

3. 結果及び考察

3. 1 システムゲイン

ダイヤル値0のとき K_s の値は38(sec-1)であり、ダイヤル値100のとき98(sec-1)であった。また、その間のダイヤル値に対して、システムゲイン K_s の実測値は、ほぼ比例して大きくなっていった。

この結果から、2. 2 項 システムゲインに対する位置制御精度の測定において、ダイヤル値の増加に対して、実際のシステムゲインの値は、その3/5に比例して大きくなっていることがわかる。

3. 2 システムゲインに対する位置制御精度

3. 2. 1 ロストモーションによる

位置制御精度誤差

図1に、両制御方式の位置制御精度誤差を示す。

グラフは、両制御方式とも、測定回数5回分のデータである。

この図において、クローズドループ制御方式で、システムゲインダイヤル値が10のとき、誤差は80 μ m程度であり、ダイヤル値が大きくなるにしたがって、誤差は小さくなっている。ダイヤル値が70のとき、リニアエンコーダの検出精度の10 μ m以下になっており、誤差が最小である。しかし、ダイヤル値が、80以上になると誤差が少し大きくなり、送り駆動部から振動音が発生した。これは、システムゲインが高くなりすぎて、系が不安定になったためだと思われる。

またセミクローズドループ制御方式で、ダイヤル値が10のとき、誤差は、150 μ m程度であり、ダイヤル値100のとき、誤差は30 μ m程度である。ダイヤル値が、80までは誤差は比例して小さくなっているが、ダイヤル値が90と100とでは、あまり誤差に変化はなかった。

これらの結果から、両制御方式とも、システムゲイン K_s が高くなるのに比例して、誤差は少なくなることがわかる。また、両制御方式を比較すると、全体的にクローズドループ制御方式の方が誤差が少なく、セミクローズドループ制御方式の1/2~1/6である。

しかし、クローズドループ制御方式は、システムゲイン K_s の値が高くなると系が不安定になりやすいことがわかる。

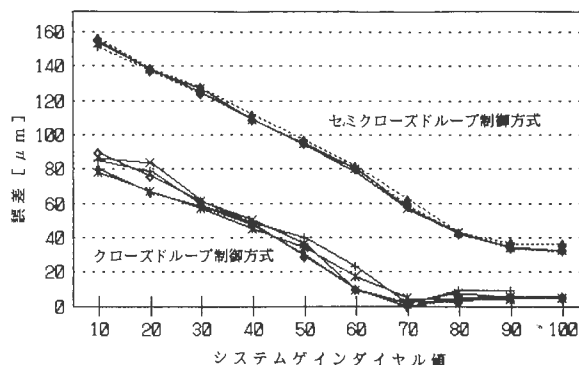


図1 ロストモーションによる位置制御精度誤差

さらに、セミクローズドループ制御方式において、バックラッシュ補正パルスをNCコントローラに入力して誤差を測定した。補正パルス数は、上記の図-1で得られた結果を参考に設定した。誤差はシステムゲインダイヤル値に関係なく、すべて、ロータリエンコーダの検出精度の10 μ m以下であった。したがって、この結果から、判断する限りにおいては、セミクローズドループ制御方式によるサーボ駆動機構では、バックラッシュ補正を行うことにより、低いシステムゲインにおいても、高い位置制御精度えられることになる。

3. 2. 2 最小設定単位指令値に対する位置制御精度

図2に、セミクローズド・ループ制御方式の最小設定単位指令値に対する位置制御精度誤差を示す。

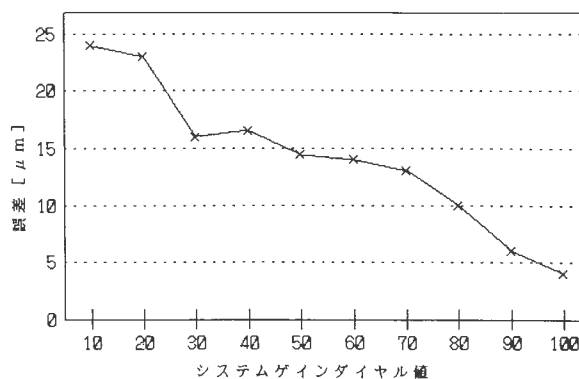


図2 最小設定単位指令値に対する位置制御精度誤差

この図において、ダイヤル値10のとき誤差は $25\mu\text{m}$ 程度であり、ダイヤル値100のとき誤差は $5\mu\text{m}$ 以下である。その間、ダイヤル値が大きくなるにしたがい、誤差は小さくなっている。

このことから、システムゲイン K_s が高いほど、NCサーボ駆動機構の1単位パルスごとの動きが、確実かつ正確に行われることがわかる。しかし、この事実と、バックラッシュ補正を入力した、ロストモーションによる位置制御精度誤差の低減する事実との因果関係に矛盾があり、この点はさらに究明する必要がある。

3. 2. 3 繰り返し位置制御精度

図3に、両制御方式の繰り返し位置制御精度誤差を示す。

グラフは、両制御方式とも、測定回数5回分の正・負両方向のデータ平均値である。

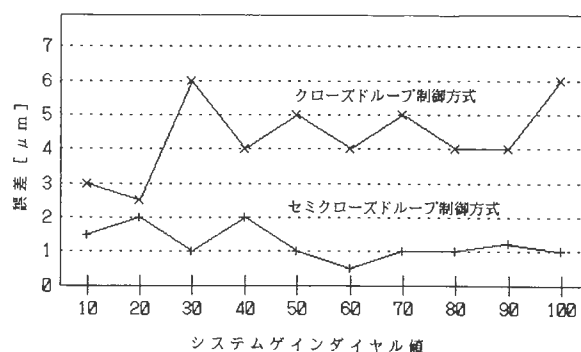


図3 繰り返し位置制御誤差

この図において、繰り返し位置制御精度誤差は、ダイヤル値の変化による影響が認められなかった。クローズドループ制御方式において、2個のデータが位置検出センサの分解能 $10\mu\text{m}$ より、大きい値があった。それ以外、両制御方式とも位置検出センサ分解能以下の値を示していた。特に、セミクローズドループ制御方式の繰り返し位置精度誤差は、すべて $5\mu\text{m}$ 以下の値を示した。

両制御方式を比較すると、セミクローズドループ制御方式の方が、全体的に誤差が小さくなっている。

これらの結果より、繰り返し位置制御精度誤差は、システムゲイン K_s が高くなるのにあまり関係ないことがわかる。また、クローズドループ制御方式の結果が悪いのは、送り駆動部の剛性やバックラッシュなど、動的特性ならびに非線形要素を含み、系として不安定になり易いためと思われる。しかし、図1に見られるように、クローズドループ制御方式の方が、セミクローズドループ制御方式に比べて、ロストモーションによる位置制御精度誤差が低い点、あるいは、図2におい

て、システムゲインダイヤル値が高いほど、最小設定単位指令値による位置制御精度誤差が、低い点などとの相関関係がなく究明すべき課題である。

4. ま と め

本研究では、数値制御サーボ駆動機構におけるシステムゲインと位置制御精度について測定した。測定は、ロストモーションによる位置制御精度誤差、最小設定単位指令値に対する位置制御精度誤差、繰り返し位置制御誤差、ボールねじ支持軸受ブラケットの過渡変位である。また、クローズドループ制御方式とセミクローズドループ制御方式により測定した。

これらの測定結果を検討・考察した結果、次のことがわかった。

- (1) この実験装置において、システムゲイン K_s の実測値は、システムゲインダイヤル値の $3/5$ に比例して大きくなっている。
- (2) ロストモーションによる位置制御精度誤差は、システムゲインが高くなると両制御方式とも小さくなる。また、クローズドループ制御方式の方が誤差が少なく、セミクローズドループ制御方式の $1/2 \sim 1/6$ である。ところが、セミクローズドループ制御方式では、バックラッシュ補正を行うことにより、低いシステムゲインにおいても、高い位置制御精度が得られる。
- (3) 最小設定単位指令値に対する位置制御精度誤差は、システムゲイン K_s が高いほど、NCサーボ駆動機構の1単位パルスごとの動きが、確実かつ正確に行われる。しかし、この事実と、バックラッシュ補正を入力した、ロストモーションによる位置制御精度誤差の低減する事実との因果関係に矛盾があり、さらに究明する必要がある。
- (4) 繰り返し位置制御精度誤差は、システムゲイン K_s にあまり関係ない。また、クローズドループ制御方式の結果が悪いのは、送り駆動部の剛性やバックラッシュなど、動的特性ならびに非線形要素を含み、系として不安定になり易いためと思われる。しかし、上記(2)と(3)などとの、相関関係がなく究明すべき課題である。

文 献

- 1) 東本晁美：NC工作機械送り駆動系のサーボ性能に関する研究、学位論文（1976）
- 2) 東本晁美：NC工作機械サーボ駆動機構の動的特性の設計概論、油圧技術（1982.6）
- 3) J I S：数値制御工作機械の試験方法通則、1980
- 4) J I S：工作機械—試験方法通則、1980

数値制御サーボ駆動機構における システムゲインと位置制御精度

－ 理 論 的 解 析 －

古田 茂* 東本 暁美** 渡辺 俊明**

要 旨

サーボ制御ループのシステムゲインを高めるとサーボ剛性が高くなる。したがって、高いシステムゲインのもとでは、小さな位置偏差にたいしても、これを修正するためのサーボモータの出力トルクは大きくなる。この結果、システムゲインを高めると、位置制御の移動精度が高くなる筈であり、この効果は、NC制御の産業用機器の位置制御精度の向上に役立つと思われる。

本研究では、クローズドループ並びにセミクローズドループ制御方式のボールねじ・ナット駆動機構によって、上記の位置制御改善効果の検討を行った。

1. 緒 言

近年、労働力不足が、産業界での大きな問題となり、いままで以上に、生産工程の自動化・省力化の要求が高まっている。

これら生産工程の自動化では、検査工程での自動化がもっとも遅れており、中でも、微小部品の視覚検査の自動化は、計測センサとその信号情報の処理技術など未解決の問題が多く、実用化が進んでいない。これらの作業は、従来どおり人手により、マイクロメータあるいは工具顕微鏡などを用いた目視検査に頼らざるを得ず、労働者にとっては注意、集中力が要求され、長時間作業には耐え難い重労働である。

しかし、最近の電子技術の発展は、視覚検査の自動化技術として、CCDカメラを用いた画像処理技術の応用が盛んに試みられるようになってきた。

さて、地場産業の一つであるメリヤスの編み機用針は、40におよぶ工程を経て製造されている。メリヤス針の製造業者は、ユーザー側からの品質向上にせまられ、全数検査を人手による目視検査で行っている。当技術センターの機械電子部では、この点に着目し、メリヤス針各部の寸法検査を画像処理技術を応用し、合否判定を行う自動検査装置の開発をプロジェクトテーマとして採用した。対象とするメリヤス針の検査部位の寸法は、1～10mm程度と微細で、検査精度は0.01ミリオーダである。したがって、自動検査精度と信頼性を高める上で、被検査メリヤス針の姿勢整列と定位置設定の高精度位置決め用メカニズムを開発する必要がある。

以上のような、背景から、本研究では、ボールねじ・

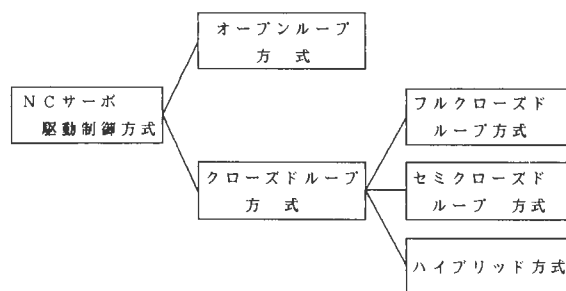
ナット駆動機構による数値制御（以下NCと呼ぶ）サーボ駆動機構の高精度位置制御技術を対象としてとりあげた。

本研究では、クローズドループ並びにセミクローズドループ制御方式のボールねじ・ナット駆動機構によって、上記の位置制御改善効果の、理論面での解析を行った。

2. 理論的解析

2.1 制御方式

NCサーボ駆動機構に必要な機能は、機械の位置と速度を同時に制御することである。制御方式の違いにより分類すると、図－1のようになる。



図－1 NCサーボ駆動機構の制御方式

オープンループ制御方式は、非常に簡単で、フィードバック信号を必要とせず、発振は起こらず、系としては安定性が得易い。精度は、指令パルスを駆動アン

* 機械電子部 ** 近畿大学理工学部

プに通してパルスモータに出力することで保障する。
この方式では、指令信号に対するサーボモータの脱調、バックラッシュなどの機能誤差に注意を払う必要がある。

セミクローズド・ループ制御方式は、フィードバック系を持っているため、制御方式は複雑で発振現象も生じる。しかし、機構の運動部分の剛性やバックラッシュ成分などが、系の外であるため、比較的安定した系になりやすい。精度は、指令パルスに応じたモータの回転量を保障するが、送りネジのバックラッシュ、ピッチ誤差などの機構誤差が直接精度に影響する。

クローズ・ループ制御方式は、テーブルなどの被駆動体で位置を検出するため、精度的には十分保障されるが、機構の運動部分の剛性やバックラッシュなど、動的特性ならびに非線形要素を含み、系としては不安定である。

ハイブリッド方式は、被駆動機構の固有振動数が低下し、制御システムのゲインを高くすることにより不安定になるのを解決する一手法である。この方式では、位置制御はセミクローズドループ制御方式で行い、これに被駆動体の実際位置をリニアスケールなどから検出し、指令値との差異を位置制御後に別ループで補正する方式である。また、高いシステムゲインで高精度を得られるようにするのがこの方式の特徴である。

2.2 システムゲインの概念

NCサーボ駆動機構の動的特性は、機構のみのものと駆動システム全体でのものに大別される。前者は、駆動機構の剛性、被駆動体の慣性から決定される固有振動数ならびに粘性減衰係数などである。一方、後者は、次に述べるシステムゲインで表すことができる。

サーボモータは、位置偏差が検出されたとき、これを修正するために回転速度検出器が偏差に相当するトルクを出力するように回転する。この回転運動が駆動機構を介して、被駆動体を V_L の速度で直線運動を行わせると考え、非常に単純化された数学モデルとして表示すると、図-2のようになる。

伝達関数 $Ks \cdot G(s)$ は、被駆動体およびその案内面を含む駆動機構から構成される速度制御ループの伝達関数(Transfer Function)を表し、 S 記号はラプラス変数(Laplace variable)を表している。図のサーボ駆動機構に、位置指令値 X_p を与えた場合、検出された実際位置 X_L との差すなわち、位置偏差 X_e を演算する。次に、この位置偏差 X_e に比例して V_L なる速度で被駆動体の位置偏差を修正する制御が行われる。この間の比例常数がシステムゲイン(System Gain) Ks で、次式で表される。

$$\begin{aligned} \text{システムゲイン } K_s & [1/\text{sec}] \\ &= \text{送り速度 } V_L [\text{mm}/\text{sec}] / \text{位置偏差 } X_e [\text{mm}] \end{aligned}$$

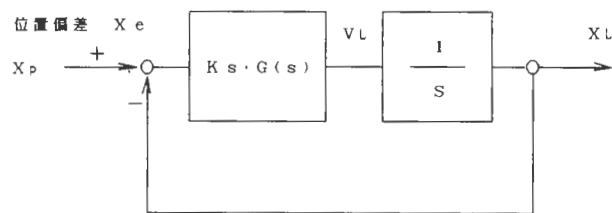


図-2 単純化されたサーボ駆動機構

2.3 サーボ剛性

サーボモータは、なんらかの原因により、指令値に対して位置検出器の実際値に偏差(Droop)が生じたとき、被駆動体に修正動作を行わせるための、修正トルクを供給する。

サーボ剛性 $K_{R\theta}$ (または K_{RX})とは、NCサーボ駆動機構に作用する外乱力(機構の摩擦力・慣性力を含む)の影響で生じる位置偏差 θ_e (または X_e)を修正するように、サーボモータが発生すトルク T_M (または力 F_M)の位置偏差に対する比で次式で表される。

$$K_{R\theta} \text{ (Nm/md)} = \frac{T_M \text{ (Nm)}}{\theta_e \text{ (md)}}$$

$$\text{または } K_{RX} \text{ (N/mm)} = \frac{F_M \text{ (N)}}{X_e \text{ (mm)}}$$

2.3.1 サーボモータ軸上のサーボ剛性

システムゲイン Ks の定義より、次式が成り立つ。

$$K_s = K_p \cdot K_1 \cdot K_2$$

K_p : 位置フィードバックゲイン

K_1 : 位置制御増幅器ゲイン

K_2 : 速度制御ループ閉ループゲイン

電機子制御の直流モータを用いた場合のサーボ剛性値 K_R は、

$$K_R = \frac{K_p \cdot K_1 \cdot K_a \cdot K_t}{R_M}$$

ここで、

K_a : 速度制御増幅器のゲイン

K_t : DCモータのトルク係数

R_M : モータ電機子抵抗

したがって、

$$K_R = \frac{K_S \cdot K_a \cdot K_t}{R_M \cdot K_2}$$

となる。

また、

$$K_2 = \frac{K_a \cdot K_m}{1 + K_{u\theta}}$$

であり

ここで、

K_m : モータのゲイン常数

また、

$$K_m = \frac{1}{K_e}$$

と考えると

$$K_R = \frac{K_S \cdot K_t \cdot K_e}{R_M} (1 + K_{u\theta})$$

と表すことができる。

ここで、

K_R : サーボ剛性

K_S : システムゲイン

K_t : モータトルク係数

K_e : モータ逆起電力係数

R_M : モータ電機子及び速度制御増幅器の内部抵抗の和

$K_{u\theta}$: 速度制御ループの開ループゲイン

よって、この式よりサーボ剛性値は、システムゲイン K_S 、モータトルク係数 K_t 、モータ逆起電力係数 K_e が高く、モータの電機子内部抵抗が低いほど大きな値をもつことがわかる。すなわち、システムゲインを高めるとサーボ剛性が高くなるといえる。

2. 3. 2 テーブル上でのサーボ剛性

NCサーボ駆動機構には、歯車、軸、軸受け、ボールねじ、ナットなど多くの機械要素で構成されており、これらの要素はその設計寸法あるいは、はめ合い精度などにより、それぞれ、外力に対する変形の度合い、すなわちばね剛性を持っている。これらを考慮して、制御方式の違いによるテーブル上でのサーボ剛性を考える。

a) クローズドループ制御方式

テーブルで位置検出を行うため、モータ軸上でのサーボ剛性 $K_{R\theta}$ (または K_{RX}) がテーブル上でのサーボ剛性 $K_{RTC\theta}$ (または K_{RTCX}) と等しいといえる。

$$K_{RTC\theta} = K_{R\theta} \quad (\text{または} \quad K_{RTCX} = K_{RX})$$

b) セミクローズドループ制御方式

位置検出は、モータ軸上であるため、モータ軸上でのサーボ剛性 $K_{R\theta}$ (または K_{RX}) をとし、駆動機構機械伝動部の送り方向の剛性を K_L とすると、テーブル

上でのサーボ

剛性 $K_{RSTC\theta}$ (または K_{RSTCX}) は、次式のように表すことができる。

$$\frac{1}{K_{RSTCX}} = \frac{1}{K_{R\theta}} + \frac{1}{K_L}$$

または、

$$\frac{1}{K_{RSTCX}} = \frac{1}{K_{RX}} + \frac{1}{K_L}$$

3. ま と め

理論的解析の結果、以下のことが確認できた。

1) NCサーボ駆動機構が指令に対して忠実に働くためには、急激な指令信号に追従する適応性と、振動を伴わない安定性が必要である。

2) 適応性と安定性は、互いに相反するもので、特性を如何にバランスよく設定するかが問題となる。

3) NCサーボ駆動機構において、機構の固有振動数が高い、すなわち剛性が高くその慣性が小さいほど位置制御ループの特性がよくなる。

4) システムゲインは、位置偏差とそれを修正する送り速度の比で表される。

5) 機構の動的特性を左右するシステムゲインが高いほど位置決め動作において、すばやい加減速が可能で加工能率を高めることができる。

6) システムゲインが高いほどサーボ剛性が高くなり、位置偏差を修正するトルクが大きくなる。すなわち、位置制御の移動精度が高くなる。

文 献

- 1) 東本暁美：NC工作機械送り駆動系のサーボ性能に関する研究、学位論文 (1976)
- 2) 東本暁美：NC工作機械サーボ駆動機構の動的特性の設計概論、油圧技術 (1982.6)
- 3) 橋本文雄・東本暁美共著：コンピュータによる自動生産システム I ハート ウェア編、共立出版 (1987)
- 4) 稲葉清右衛門編著：やさしいNC読本、日本能率協会 (1986)
- 5) 井澤実編著：精密位置決め技術、工業調査会 (1989)
- 6) 省力と自動化編集部編：サーボ技術活用マニュアル、オーム社 (1989.10)
- 7) 太平洋工業(株)編：自動制御工学演習、日刊工業新聞社 (1987)

減圧による染色（第1報）

田村 禎男*

要 旨

綿ブロード織物、天竺ニットを、未処理（原布）、精練、精練－漂白の3通りの被染布とし、ビニルスルホン型反応染料4色、VAT染料2色について、オールインワン染法に準じた染法により、常圧および70mmHg減圧（布帛セット時）下で染色し、その色彩値より色差、 B^* 、 $D L^*$ 、 $B r$ 値を計算し各々の組合せに於ける色彩の相違を値により検討した。また、各染色布上よりランダムに40ヶ所を測色し平均値からの色差を統計処理し、色斑について検討した。本実験における結果については、従来から言われているように前処理の重要性が顕著に現われたが、視感10%程度の濃染効果も認められた。

1. 緒 言

従来より、木材等（ブロック状多孔質）雑貨品の染色、あるいは樹脂含浸において、減圧による加工方法が内部浸透のために用いられていたことは周知の事である。最近において高密度織物に対してもこの方法が効果的であって、未精練布にあっても精練布同様な染色効果が得られるとか濃染効果があるとかとの報告もなされている。

本実験では、装置産業での減圧染色における問題点を見いだすための予備的な試験として、常圧、減圧下で各々未精練（生地）布、精練布、精練・漂白布について反応・vat染料について色彩値から均染、斑染、濃染効果の検討をおこなった。

2. 実験方法

1. 装 置

ミニカラー染色機を用い、同機の300mlポットの蓋部に図1の様なバルブコックを溶接しその上部に給液装置としてコック付きロ斗をゴム管で接合し液注を行った。

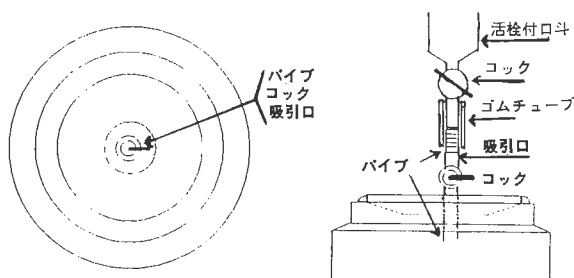


図1 減圧加工用上蓋

2. 減圧法

ロータリィポンプにより70 mmgまで減圧した。

3. 染色布の準備

* 化学食品部

1.2の2種の織物について染色前処理として、a、b、cの異なった前処理を行い染色に供した。

1. 織物：180本綿ブロード

a. 無処理

b. 糊拔・精練

酸化糊抜き剤 5g / 1

NaOH 5g / 1

精練用界面活性剤 2g / 1

パッド後w p u 100%で20分蒸熱、湯洗、水洗

c. 漂白 糊拔・精練布を下記浴中で95℃で1時間処理後湯洗、水洗

過酸化水素水（35%） 2% owf

Na₂Sio₄ 1.5% owf

NaOH 0.5% owf

漂白用界面活性剤 0.2% owf

2. ニット：綿丸編み（天竺）

a. 生地前処理 モノゲン 3g / 1 ふり洗い

無処理については、編立油により撥水が強く中止

b. 精練 下記浴中で95℃で1時間処理後湯洗、水洗

NaOH 2% owf

Na₂CO₃ 1% owf

ノニオン界面活性剤 0.3% owf

c. 漂白 精練布を下記浴中で95℃で1時間処理後湯洗、水洗

過酸化水素水（35%） 2% owf

NaOH 2% owf

サンドバンAWN 1g / 1

漂白用界面活性剤 0.3% owf

浴処理の場合の浴比は何れも1 : 30とした

4. 染 色

1. 反応染料染色

ダイアミラ・ブルー3R、レッド2B、グリーンB、オレンジ3Rを用い0.2%owf、浴比1:30とし助剤等は下記組成で調整し、染布を入れた後減圧した容器に注入した。処方、昇温、温度保持時間等はオールインワン法に準じたが、装置の関係で、助剤等の分割

投入は出来ず、染色最初期に一括投入の形をとった。染浴の組成を下に示す。浴比1:30なお、ブルー3Rについては、別に染布、染液を入れた後減圧染色をも試みた。

染浴組成

ポリリン酸	1g/1
NaOH (38° Be')	1ml/1
Na ₂ CO ₃	5g/1
Na ₂ SO ₄	50g/1

2. VAT染料

ミクセレンブラックB 6%owf、ブルー3R 2%owf 浴比1:30で高温染色法に準じ染布を入れた後減圧した容器に染液を注入し行ったが1反応染めと同じく染色最初期に一括投入の形をとった。

染浴組成

NaOH (30° Be')	15ml/1
ハイドロサルファイト	4g/1
ロンガリットC	2g/1
ベレガセル	1g/1
グルコース	3g/1
Na ₂ SO ₄	10g/1 (ブルー)、75g/1 (BK)

3. 結果及び考察

ミノルタ測色機CM-100にてL*、a*、b*、X、Y、Z、H、V、C値をもとめて、色濃度値D*、鮮明度値B*、色濃度指数DL*、鮮明度指数Br値、色差値計算の結果を表1-1、表1-2に示す。

織物においては、常圧法、減圧法共々、特に反応染料使用で、またVAT染料Blackで原布（生機）のHと精練布、漂白布のHに大きな差が生じる。一般に視感にてやや濃色化（視感10%以下）の効果は認められ、DL*も大きくなる傾向が有るように見られる。また、各染色布上で任意な場所40ヶ所での測色を行い平均値からの色差の散らばりを表2に示す。本実験装置においては、減圧後の分割薬注が不可能であったため、均染効果を得るための助剤の分割投与が行えず従って漂白布においてさえ色差値の散らばりは、正規の染法のそれよりも大きくでたと考えられるが、それでもなおかつ表にみるように、前処理は好結果を示すが、減圧法が色差の散らばり防止に効果があるとは判定し難い。特にニットの場合いずれの染法でも未処理布の編み立てオイが著しく染着を阻害し斑染が著しい。

布を入れたのち減圧し、染浴液を注入する場合と布・染浴液を入れた後に減圧した場合については前者が後者より優るように見られた。

4. まとめ

減圧染色による前処理工程の省略が、減圧染色実験の成果より期待されており、本方法を実用化するための中間的機械の製作のための資料になればと本実験に

着手したが、結果は実験方法の不適合のため、従来よりの染色前処理の重要性を再確認するようなことになってしまった。また前処理方法の違いによるマンセル値の違いが目立ち、このことは、蓄積されたデータとしてのCCM、CCSが活用し難いであろうこと予想されしたがって本実験の結果は、前工程の省略に対しては否定的で、濃色化についてはややプラスになり、この程度のメリットで本法を採用することには疑問が生じる結果となったが、本実験をふまえ、厚手・高密度織物の前処理法の省略の可能性、染色時間の短縮に重点をおいて更に実験を進めるつもりである。しかしながら、織物・ニットの製織、編み立て助剤の多様性のため汎用染色機としての現場の採用は困難なように思われ、厚手・高密度織物の特殊処理機として、むしろ、浸染としてより、薬剤浸透法として減圧法を用い、後処理として通常の蒸熱、加熱を組み合わせる可能性について検討する。浸染機として、今後の課題として考えられることは、斑染を避けるための減圧下の分割薬注法の採用、減圧下での加温蒸発による内圧上昇観測装置。浸染法としては、適正減圧度の検討、平行吸盡に至るまで、あるいは均染化時間の中断による時間的メリットと染色物性の検討。吸盡初期の勾配での染色動向の従来方との比較検討などが考えられる。

			H	V	C	D*	B*	DL*	Br	減圧法 色差	原布 色差	昇精練布 色差
常圧法	反応染料 O-2R 織物	原布	7.8-R	7.4	5.9	3.60	3.07	3.69	6.37			
		精練	7.3-R	7.5	6.4	3.56	3.41	3.66	6.97		1.32	
		漂白	6.4-R	7.7	6.2	3.32	3.50	3.39	7.29		3.69	2.45
減圧法	反応染料 O-2R 織物	原布	7.8-R	7.5	5.7	3.43	3.04	3.55	6.39	0.95		
		精練	7.3-R	7.5	6.1	3.49	3.25	3.61	6.74	0.62		
		漂白	6.4-R	7.7	6.2	3.23	3.50	3.39	7.29	1.51		
常圧法	反応染料 O-2R ニット	原布	6.8-R	7.3	6.5	3.81	3.30	3.86	6.72		1.46	
		精練	6.8-R	7.5	6.6	3.57	3.52	3.68	7.16		2.56	1.50
		漂白	6.5-R	7.5	6.9	3.62	3.68	3.71	7.40			
減圧法	反応染料 O-2R ニット	原布	6.8-R	7.3	6.8	3.88	3.45	3.92	6.82	1.50		
		精練	6.7-R	7.3	6.8	3.87	3.45	3.91	5.94	1.44		
		漂白	6.4-R	7.5	7.2	3.68	3.84	3.76	7.63	1.23		
常圧法	反応染料 G-6B 織物	原布	7.5-GB	7.2	5.2	3.89	2.58	3.92	5.28			
		精練	8.2-GB	7.2	5.4	3.92	2.68	3.94	5.46		1.54	
		漂白	0.2-B	7.4	5.1	3.74	3.17	3.81	5.38		5.15	4.79
減圧法	反応染料 G-6B 織物	原布	7.4-GB	7.2	4.9	3.81	2.43	3.86	5.06	0.92		
		精練	8.1-GB	7.3	5.3	3.73	2.69	3.80	5.57	0.58		
		漂白	0.1-B	7.4	6.2	3.77	3.22	3.83	6.45	0.41		
常圧法	反応染料 G-6B ニット	原布	9.6-GB	7.2	6.1	4.04	3.03	4.03	6.03		0.52	
		精練	9.8-GB	7.2	6.1	4.03	3.03	4.02	6.04		3.02	2.69
		漂白	0.9-B	7.3	6.5	3.94	3.30	3.96	6.55			
減圧法	反応染料 G-6B ニット	原布	9.5-BG	7.1	6.1	4.19	2.96	4.13	5.88	0.59		
		精練	9.7-BG	7.1	6.0	4.15	2.91	4.11	5.82	1.56		
		漂白	0.7-B	7.3	6.7	4.01	3.40	4.00	5.75	0.89		
常圧法	VAT染料 B-3R 織物	原布	8.7-PB	3.9	6.9	9.81	2.90	6.62	4.17			
		精練	8.5-PB	3.8	7.0	10.3	2.97	6.73	4.14		1.33	
		漂白	8.5-PB	4.2	7.1	9.01	2.91	6.34	4.46		2.88	4.01
減圧法	VAT染料 B-3R 織物	原布	8.7-PB	3.7	7.0	10.7	3.00	6.83	4.09	2.67		
		精練	8.6-PB	3.7	7.1	10.7	3.05	6.84	4.14	1.60		
		漂白	8.6-PB	3.6	7.4	11.2	3.21	6.96	4.24	6.40		
常圧法	VAT染料 B-3R ニット	原布	8.6-PB	3.7	7.3	10.8	3.13	6.85	4.25			
		精練	8.6-PB	3.4	7.2	11.9	3.21	7.15	4.02		3.10	
		漂白	8.7-PB	3.5	7.1	11.4	3.12	7.03	4.02		1.67	1.59
減圧法	VAT染料 B-3R ニット	原布	8.7-PB	3.4	7.4	11.9	3.30	7.16	4.12	2.75		
		精練	8.7-PB	3.4	7.2	11.9	3.21	7.14	4.02	0.25		
		漂白	8.7-PB	3.6	7.5	11.2	3.26	6.96	4.29	1.63		
常圧法	VAT染料 Bk-B 織物	原布	6.4-PB	1.5	1.3	19.8	1.02	8.62	0.60			
		精練	4.1-PB	1.6	2.2	19.9	1.64	8.63	1.02		4.06	
		漂白	4.3-PB	1.6	2.0	19.8	1.49	8.61	0.93		3.41	0.75
減圧法	VAT染料 Bk-B 織物	原布	6.1-PB	1.5	1.3	19.8	1.02	8.62	0.60	0.27		
		精練	4.3-PB	1.6	2.1	19.8	1.56	8.62	0.97	0.49		
		漂白	4.4-PB	1.6	2.1	19.8	1.56	8.62	0.97	0.39		
常圧法	VAT染料 Bk-B ニット	原布	4.5-PB	1.3	1.9	21.8	1.68	8.90	0.85			
		精練	4.3-PB	1.4	2.0	21.2	1.66	8.81	0.90		0.94	
		漂白	4.1-PB	1.4	2.2	21.4	1.83	8.83	0.89		1.51	0.71
減圧法	VAT染料 Bk-B ニット	原布	4.4-PB	1.3	2.0	21.9	1.77	8.91	0.99	0.29		
		精練	4.1-PB	1.4	2.1	21.2	1.74	8.82	0.95	0.47		
		漂白	4.0-PB	1.4	2.1	21.2	1.74	8.82	0.95	0.52		

表1-1

			H	V	C	D*	B*	DL*	B r	異常圧色差	異常色差	対精練色差
常圧反応染料	R-B-B	原布	7.9-RP	7.6	5.9	2.93	3.23	3.10	7.58			
		精練	7.5-RP	7.6	6.2	2.95	3.40	3.12	7.92			
	漂白		4.8-RP	7.7	7.0	2.82	3.95	2.99	9.34		1.47	5.34
減圧反応染料	R-B-B	原布	9.0-RP	7.8	4.9	2.66	2.86	2.82	6.93	4.69		
		精練	6.9-RP	7.5	6.9	3.11	3.68	3.27	8.40	3.59	9.22	
	漂白		4.8-RP	7.6	7.7	2.99	4.22	3.16	9.72	3.42	13.26	5.26
常圧反応染料	R-B-B	原布	6.2-RP	7.6	6.0	2.87	3.29	3.06	7.85			
		精練	5.6-RP	7.6	6.5	2.90	3.56	3.07	8.43		2.26	
	漂白		4.1-RP	7.6	7.3	2.91	4.00	3.08	9.43		6.56	4.53
減圧反応染料	R-B-B	原布	9.8-RP	8.0	8.8	2.38	2.38	2.50	6.06	10.77		
		精練	5.8-RP	7.5	6.3	2.99	3.36	3.16	7.94	0.95	12.35	
	漂白		4.8-RP	6.9	10.0	4.12	4.58	4.08	9.76	12.27	28.12	15.80
常圧反応染料	B-3-R	原布	7.5-R	8.0	0.3	2.04	0.19	2.05	0.58			
		精練	8.1-PB	7.1	2.8	2.05	1.36	3.12	3.58		12.71	
	漂白		8.3-PB	6.9	4.4	3.30	2.06	3.44	5.09		18.73	6.67
減圧反応染料	B-3-R	原布	8.8-P	7.7	0.5	3.25	0.28	2.34	0.85	2.48		
		精練	8.0-PB	6.8	3.3	3.32	1.52	3.46	3.80	3.00	13.48	
	漂白		8.2-PB	6.9	4.4	3.30	2.06	3.45	5.09	0.28	16.56	4.36
与濃同時投入	減圧	反応染料	原布	8.0-RP	7.7	0.3	3.24	0.17	2.32	0.51	2.50	
			精練	8.0-PB	6.6	3.6	3.59	1.60	3.69	3.89	16.94	
	漂白		6.2-PB	7.0	4.2	3.17	2.00	3.33	5.03	1.31	16.07	4.61
常圧	反応染料	原布	8.1-PB	7.3	2.7	2.74	1.37	2.91	3.69			
		精練	8.2-PB	7.0	3.5	3.11	1.67	3.27	4.26		4.80	
	漂白		8.4-PB	6.9	4.8	3.33	2.24	3.47	5.51		9.54	5.39
減圧	反応染料	原布	8.0-PB	7.7	1.6	2.32	0.90	2.43	2.63	5.47		
		精練	8.1-PB	7.3	2.7	2.74	1.37	2.91	3.69	4.56	5.70	
	漂白		8.4-PB	6.8	4.7	3.44	2.16	2.56	5.26	0.96	15.05	9.46
与濃同時投入	減圧	反応染料	原布	8.2-PB	7.0	3.2	3.09	1.52	3.25	3.92	3.75	
			精練	8.4-PB	6.4	4.4	3.92	1.91	3.94	4.46	6.40	
	漂白		8.4-PB	6.3	5.0	4.19	2.40	4.13	5.40	6.65	12.02	4.99

表 1-2

質 料 名	平均値	平方和	不偏分散	標準偏差	最 大	最 小	範 囲
BLUE・織物・常圧・未精練	1.87	56.04	1.437	1.20	6.11	0.10	6.01
3RO.2%	0.69	11.74	0.301	0.55	2.13	0.06	2.07
精練・漂白	0.97	14.30	0.367	0.61	2.49	0.08	2.41
BLUE・織物・A減圧・未精練	0.70	12.12	0.311	0.56	2.55	0.05	2.50
精練	0.43	5.64	0.145	0.38	1.76	0.08	1.68
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	0.43	1.83	0.047	0.22	1.04	0.06	0.98
BLUE・織物・B減圧・未精練	2.47	97.94	2.511	1.58	5.98	0.35	5.63
精練	0.76	10.77	0.276	0.53	1.87	0.11	1.76
(先に液・布後減圧) 精練・漂白	1.06	17.43	0.447	0.67	2.56	0.21	2.35
BLUE・ニット・常圧・未精練	3.47	400.17	10.261	3.20	13.36	0.19	13.17
3RO.2%	0.35	2.46	0.063	0.25	1.17	0.06	1.11
精練・漂白	0.40	2.10	0.054	0.23	0.99	0.09	0.90
BLUE・ニット・A減圧・未精練	3.08	150.50	3.858	1.96	8.94	0.13	8.81
精練	0.55	4.39	0.113	0.34	1.29	0.04	1.25
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	0.71	6.37	0.163	0.40	1.69	0.01	1.68
BLUE・ニット・B減圧・未精練	3.03	183.73	4.711	2.17	8.20	0.31	7.98
精練	0.56	5.78	0.148	0.39	1.56	0.05	1.51
(先に液・布後減圧) 精練・漂白	0.70	6.64	0.171	0.41	1.71	0.14	1.57
RED・織物・常圧・未精練	1.19	22.47	0.576	0.76	2.80	0.10	2.70
2BO.2%	0.68	5.62	0.144	0.38	1.71	0.12	1.59
精練・漂白	0.50	5.25	0.135	0.37	1.45	0.05	1.40
RED・織物・A減圧・未精練	1.14	19.70	0.505	0.71	2.66	0.10	2.56
精練	1.01	14.72	0.378	0.61	2.56	0.10	2.46
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	0.74	11.75	0.301	0.55	2.51	0.11	2.40
RED・ニット・常圧・未精練	1.78	82.36	2.112	1.45	6.77	0.11	6.66
2BO.2%	0.47	1.90	0.049	0.22	1.00	0.07	0.93
精練・漂白	0.63	5.65	0.145	0.38	1.62	0.13	1.49
RED・ニット・A減圧・未精練	1.52	58.79	1.507	1.23	4.25	0.32	3.93
精練	0.69	5.09	0.131	0.36	1.87	0.15	1.72
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	0.97	19.96	0.512	0.72	3.13	0.14	2.99
BLUE・織物・常圧・未精練	3.11	542.03	13.998	3.73	14.57	0.37	14.20
C3B	0.40	2.40	0.062	0.25	1.22	0.09	1.13
精練・漂白	0.53	3.13	0.083	0.28	1.35	0.00	1.35
BLUE・織物・A減圧・未精練	3.16	153.11	3.926	1.98	8.52	0.31	8.21
精練	0.74	8.59	0.220	0.47	1.88	0.04	1.84
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	0.78	9.44	0.242	0.49	1.75	0.02	1.73
BLUE・ニット・常圧・未精練	2.09	50.92	1.306	1.14	5.39	0.24	5.15
C3B	1.02	9.44	0.242	0.49	2.00	0.15	1.85
精練・漂白	0.98	17.11	0.439	0.66	2.82	0.11	2.71
BLUE・ニット・A減圧・未精練	4.46	170.54	4.373	2.09	8.49	0.26	8.23
精練	1.14	11.37	0.292	0.54	2.61	0.24	2.37
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	0.72	6.19	0.159	0.40	1.61	0.18	1.43
BLUE・織物・常圧・未精練	0.85	20.59	0.528	0.73	3.22	0.08	3.14
B3R	0.44	2.03	0.531	0.23	1.14	0.06	1.08
精練・漂白	0.49	7.19	0.184	0.43	2.05	0.04	2.01
BLUE・織物・A減圧・未精練	3.51	254.20	6.518	2.55	8.79	0.22	8.57
精練	2.08	31.74	0.814	0.90	3.88	0.29	3.59
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	1.63	59.90	1.536	1.24	4.19	0.07	4.12
RED・織物・常圧・未精練	1.50	49.28	1.264	1.12	4.05	0.07	3.98
O3R	0.78	5.34	0.137	0.37	1.79	0.23	1.56
精練・漂白	0.53	5.13	0.131	0.36	1.49	0.02	1.47
RED・織物・A減圧・未精練	1.13	26.08	0.669	0.82	3.28	0.11	3.17
精練	1.19	18.17	0.446	0.68	2.64	0.13	2.51
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	0.73	11.62	0.300	0.55	2.51	0.11	2.40
RED・ニット・常圧・未精練	2.05	64.64	1.658	1.29	5.94	0.25	5.69
O3R	0.95	2.60	0.067	0.26	1.47	0.48	0.99
精練・漂白	1.38	8.67	0.222	0.47	2.64	0.05	2.59
RED・ニット・A減圧・未精練	1.57	43.72	1.121	1.06	4.89	0.33	4.56
精練	0.74	5.20	0.133	0.37	1.72	0.10	1.62
(先に布・減圧後液) 精練・漂白	1.22	18.87	0.484	0.70	3.62	0.17	3.45

表 2

低温プラズマによる綿繊維の ウォッシュ アンド ウェア加工

久保田静男* 伊藤 修*

要 旨

綿繊維にN, N' -メチレンビスアクリルアミド (MBA A) 等をジェチレングリコール (DEG) 等の膨潤剤と共に付与し、乾燥後、低温プラズマにより処理して重合させ、ウォッシュ アンド ウェア加工を行った。放電電力に比例して重合速度は大きくなった。また窒素ガス圧力0.3~1.0 Torr の範囲では、0.3 Torr の方が重合速度は大であった。MBA A 4 % - DEG 20 % - アミノシリコン 2 % を付与、乾燥し、低温プラズマ処理し、水洗後更にアミノシリコン 2 % を付与、乾燥し、再度プラズマ処理すると、付着率4.13 %、DP3.5級 (原布1.5級) の加工布が得られた。

1. 緒 言

先に、低温プラズマを用いて、綿、E/C混紡繊維にビニルホスホナートオリゴマー (FYROL 76) - アクリルアミド等を処理する耐久性難燃加工を報告した¹⁾。今回は、綿繊維に、N, N' -メチレンビスアクリルアミド (MBA A) 等のジビニルモノマーとジェチレングリコール (DEG) 等の膨潤剤を付与し、低温プラズマ処理してウォッシュ アンド ウェア加工を検討した。

2. 実 験

低温プラズマ処理装置は英光社製容量結合平行平板型装置を用いた。周波数13.56 MHz のラジオ波を用いてグロー放電させた。上下電極の大きさは、10cm × 10cm、電極間距離25mmで、その間を幅10cm、長さ数mの布を通し処理した。処理ガスは窒素を用いた。処理布は精練、漂白した綿ブロード (120.1g/m²) を用いた。MBA A等のモノマー、膨潤剤は化成品、試

薬をそのまま用いた。加工布の防しわ性試験はモンサント法により行った。ウォッシュ アンド ウェア性はAATCC TM124により行い、デュラブル プレス (DP) 級をレプリカを用いて判定した。引裂強度はベンジラム法、剛軟度はハンドルオメーター法により測定した。

3. 結果と考察

MBA A等のモノマー-DEGの水あるいはメタノール溶液に処理布を浸漬し、乾燥後、窒素低温プラズマにより所定時間処理した。そして低温プラズマ照射後、65℃で長時間湯洗い、乾燥して加工布を得た。それらの処理結果を表1に示す。

表1より、膨潤剤を用いないMBA A単独の加工では付着率が少なく、湿防しわ性も開角度 (タテ+ヨコ) 178° (原布173°) と小さかった。しかし、MBA A等-DEG系による加工では、高い付着率が得られ、加工布の湿防しわ性も良かった。用いたモノマーの中

表1 低温プラズマによる綿繊維のW & W加工^{a)}

モノマー (%)	ジェチレングリコール (%)	溶 媒	付着率 (%)	処理時間 (分)	付着率 (%)	湿防しわ性 ^{b)} タテ+ヨコ (度)
M B A A 3 ^{c)}	—	水	4.73	3.0	1.06	178
" 4	20	"	32.1	5.2	1.49	217
" 5 ^{c)}	30	"	35.5	3.5	3.30	213
" 10	50	"	83.1	5.0	7.29	223
1,3,5-トリアクリロイル						
ヘキサハイドロ-S-トリアジン 5	30	"	41.5	5.2	3.67	198
トリアリルシアヌレート 5	30	メタノール	37.2	4.8	3.43	181
NK OLIGO U-4HA 5 ^{d)}	30	"	41.8	5.0	7.59	192

a) 窒素 1.0 Torr、放電電力120 W、プラズマ照射後、65℃で長時間湯洗い

b) 原布の値173℃ c) 放電電力150 W d) 新中村化学工業(株) 製、ウレタンテトラアクリレート

* 化学食品部

では、MBAAの加工結果が最も良好であった。

MBAA 4%—DEG 20%水溶液を綿ブロードに付与し、低温プラズマ処理（窒素ガス1.0 Torr、放電電力120W）した場合の照射時間に対する付着率のプロットを図1に示す。

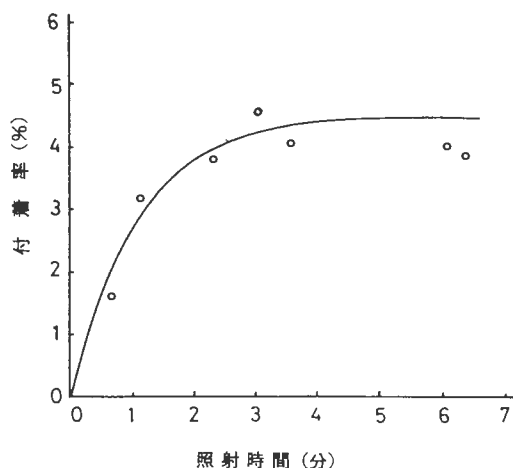


図1 低温プラズマによるMBAAの重合
綿ブロード、MBAA、4%—ジエチレングリコール 20%
窒素ガス 1.0 Torr、放電電力 120W

図1より照射時間が増すと、付着率は増加した。しかし長時間照射しても、付着率はそれほど増加せず、むしろエッチングのために少し減少した。

次に、同じ系で、重合速度に及ぼす放電電力の影響を調べた。その結果を図2に示す。

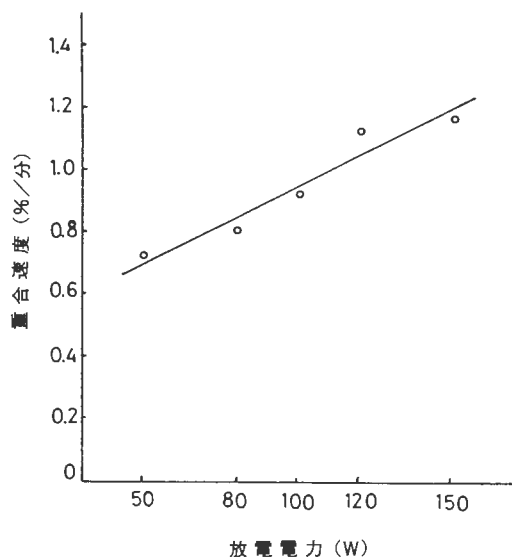


図2 重合に及ぼす放電電力の影響
綿ブロード、MBAA、4%—ジエチレングリコール 20%
窒素ガス 1.0 Torr

図2より放電電力が増すと、放電電力に比例して、重合速度は増加した。

次いで、重合速度に及ぼす窒素ガス圧力の影響を図3に示す。

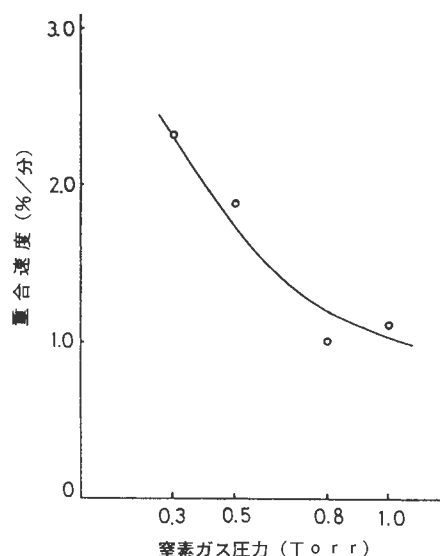


図3 重合に及ぼす窒素ガス圧力の影響
綿ブロード、MBAA、4%—ジエチレングリコール 20%
放電電力 120W

図3より窒素ガス0.3~1.0 Torrの範囲では、窒素ガス圧力が低いほど重合速度は増加した。同様な傾向は前報¹⁾でも見られた。

綿繊維へのMBAAの低温プラズマ処理において、2、3の膨潤剤を試験した。その結果を表2に示す。

表2 低温プラズマによる綿繊維のW&W加工（膨潤剤の効果）

MBAA (%)	膨潤剤 (%)	付着率 (%)	処理時間 (%)	付着率 (%)	防しむ性, W+F (度)	
					乾	湿
原布	—	—	—	—	169	173
3 ^{a)}	—	4.73	3.0	1.06	148	178
5 ^{b)}	ジエチレングリコール30	35.5	3.5	3.30	128	213
5	DMSO 30	47.7	3.8	1.41	120	184
5	スルホラン30	38.3	4.0	2.94	129	193
5	エチレングリコール30	50.7	3.7	1.81	128	189

a) 水溶液、窒素、1.0 Torr、放電電力120W、プラズマ照射後、65度で長時間湯洗い
b) 放電電力150W

表3 低温プラズマによる綿繊維のW&W加工^{a)}（膨潤剤濃度の影響）

ジエチレングリコール (%)	付着率 (%)	処理時間 (分)	付着率 (%)	防しむ性, W+F (度)	
				乾	湿
原布	—	—	—	169	173
— ^{b)}	4.73	3.0	1.06	148	178
10	13.6	3.0	4.00	137	181
15	20.9	2.4	4.23	140	199
20	25.5	3.0	4.53	125	210
25	36.5	3.0	6.06	116	213

a) MBAA、4%水溶液、窒素ガス、1.0 Torr、放電電力120W、プラズマ照射後、65度で長時間湯洗い
b) MBAA 3%、放電電力150W

表2より、用いたいずれの膨潤剤の場合も、付着率、湿防しむ性は、増加した。しかし乾防しむ性は減少し

た。用いた膨潤剤の中では、DEGの結果が最も良好であった。

表3に、低温プラズマによる綿繊維のウォッシュアンドウェア(W&W)加工に及ぼすDEG濃度の影響を示している。

表3より、DEG濃度が増すにつれて、付着率、湿防しわ性は向上した。しかし乾防しわ性は徐々に低下した。

表4に、得られた加工布の物性を示す。

表4 加工布の物性

サンプル	付着率 (%)	防しわ性, W+F(度)		DP (級)	引裂強度保持率(%)		剛軟度 (gf)
		乾	湿		タテ	ヨコ	
原布	—	169	173	1.5	100	100	120
					(880gf) (640gf)		
12 ^{a)}	3.30	128	213	3.0	93	95	129
1 ^{b)}	1.49	184	217	3.1	100	97	64
71 ^{c)}	4.13	237	247	3.5	145	145	55

a) MBAA 5%-DEG 30%水溶液、窒素ガス、1.0 Torr、放電電力150W、照射時間 3.5分

b) MBAA 4%-DEG 20%水溶液、窒素ガス、1.0 Torr、放電電力120W、照射時間 3.0分
水洗、乾燥後、低温プラズマ照射 1.0 Torr、120W、2.2分

c) MBAA 4%-DEG 20%-アミノシリコン 2%水溶液、窒素ガス、1.0 Torr、120W、
2.9分、水洗、乾燥後、アミノシリコン 2%水溶液付与、乾燥後、窒素ガス、1.0 Torr、
120W、2.9分

表4より、サンプル12(MBAA 5%-DEG 30%)は、付着率3.30で、湿防しわ性が良く、乾防しわ性が悪かったが、DPは3.0級(原布1.5級)と良好であった。このことよりウォッシュアンドウェア性には湿防しわ性が大きく寄与することが解る。剛軟度はやや高く、風合はやや硬くなるが、引裂強度保持率は良かった。サンプル1(MBAA 4%-DEG 20%)は一度低温プラズマ処理した後、DEGを水洗、除去し、再度低温プラズマ処理を行った。すると乾防しわ性も良くなり、風合も柔らかくなった。サンプル71'(MBAA 4%-DEG 20%-アミノシリコン 2%)は一度低温プラズマ処理した後、再びアミノシリコン 2%を付与し、低温プラズマ処理した。加工布は乾、湿防しわ性共に良く、DP 3.5級であった。風合は柔らかく、引裂強度は原布よりも強くなった。

表4のサンプル12の走査型電顕写真を図4に示す。

図4より、布の状態では原布とそれほど違いは無いが、綿繊維表面のマイクロフィブリルの管が太く膨らんでいるのが観察される。

文 献

- 1) 久保田ら、繊維学会予稿集、1991、S-110

付 記

本研究は平成4年度繊維学会年次大会(東京)にて発表した。繊維学会予稿集、1992、S-242。なお本研究は敷島紡績(株)からの委託研究として行った。

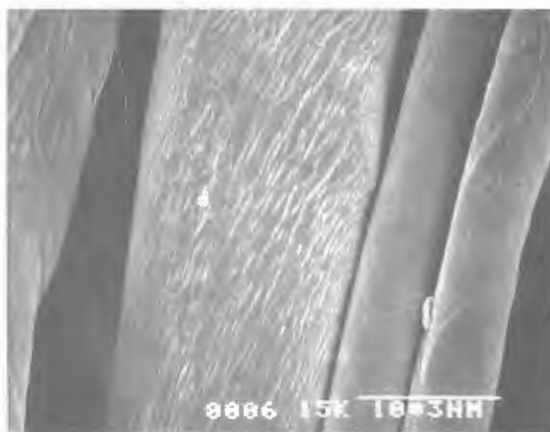
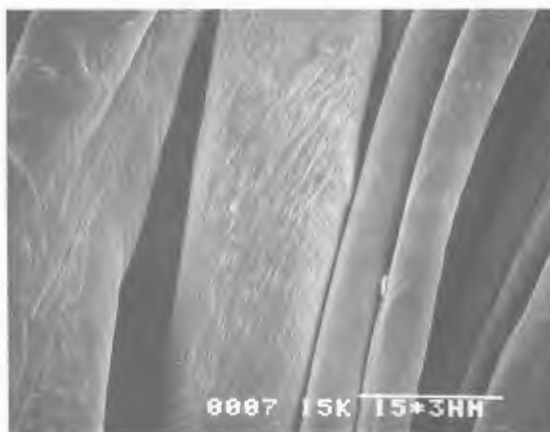


図4 加工綿ブロードの走査型電顕写真

尿素樹脂—ジメタクリレート系ポリマーアロイの合成

伊藤 修* 久保田静男*

要 旨

尿素初期縮合物にn-ブチルアルコールを反応させてアルコール変性尿素初期縮合物を合成した。これに14Gを混合し、BPO及びDCPで硬化させて、その硬化挙動と硬化物の熱分解について考察した。BPOを開始剤とした場合、14Gの重合反応が尿素的縮合反応よりも先に進行している。DCPの場合、重合反応と縮合反応は同時期に進行し、さらに温度を上げることによって尿素樹脂間の架橋が進み硬化物が得られる。得られた硬化物の熱分解温度は、尿素樹脂のそれよりも高くさらに500℃における残存率は単独の硬化物よりも多いことがわかった。

1. 緒 言

和歌山県において、熱硬化性樹脂（尿素樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂等）を取り扱っている企業数は大変多く、製造している製品の種類も多い。とりわけその中でも尿素樹脂を取り扱っている企業の数の割合が全国に比べて多いのが特徴である。尿素樹脂は、一般に尿素とホルマリンの反応によって得られた尿素初期縮合物にセルロース繊維などを混合し、圧縮成形法により製品が得られている。1) しかし、尿素樹脂は比較的成形が容易であるが、主として圧縮成形だけしかできない。さらに強度は強いが大変脆く耐久性の面で問題があるため、材料としての使用に限界があり、新しい改質方法が検討される時期にきている。

近年 高分子の改質方法としてポリマーアロイ化による改質方法が注目を浴びようになってきている。2,3) これは一種類の高分子では多様化する物性に対応できないため、数種類のポリマーを混合してより機能的な高分子材料を作り出そうとするものであり、たとえば熱可塑性樹脂やエラストマーのブレンドまたは共重合、ゴムによる変性さらに研究が進んだ相互侵入網目（IPN）などが挙げられ、現在盛んに研究されている。

このような観点から我々は、まず尿素樹脂初期縮合物をn-ブチルアルコールで変性することにより水溶性から油性の尿素初期縮合物を合成した。さらに、この化合物に可とう性と架橋構造を与える二官能性モノマーとしてポリエチレングリコール600ジメタクリレート（14G）を混合し、重合反応と縮合反応を同時に行わせる事によって、新しいタイプの尿素樹脂を創製することを目的として学会などに発表してきた^{4,5)}。

* 化学食品部

今回はこれらの系の硬化過程と硬化物の熱的性質について報告する。

2. 実 験

2-1 試薬

重合開始剤としての過酸化ベンゾイル（BPO）、過酸化ジクミル（DCP）は市販品をそのまま使用した。モノマーであるポリエチレングリコール600ジメタクリレート（14G）は、新中村化学工業株式会社製のものをそのまま使用した。

2-2 試料調製

アルコール変性尿素的の合成は還流冷却管及びかきまぜ棒を付した1000mlの三口フラスコに尿素72g、37%ホルマリン水溶液200ccとアンモニア水2ccを入れ、pH7.5~8.5にして80℃までゆっくりと加熱しその後80℃に保つ。1時間半後、n-ブチルアルコール500ccとトルエン50cc続いてリン酸を加えpH6.0にする。この状態でさらに5時間半還流下で攪はんを続ける。反応終了後、生成物をアスピレータで加熱脱水し、無色透明のn-ブタノール変性尿素初期縮合物を得る。⁶⁾このようにして得られたn-ブチルアルコール変性尿素初期縮合物にベンゼンを加え、樹脂成分65wt%の樹脂液を調製した。尿素樹脂硬化物はアルコール変性尿素と14Gを所定の割合で混合し、ラジカル重合開始剤としてBPO及びDCPをモノマーに対して1wt%加え減圧下で脱溶媒化した後、注型金型に注ぎ加熱により硬化物を得た。硬化は80℃ 2時間+100℃ 8時間+120℃ 2時間+140℃ 2時間+160℃ 2時間とした。

2-3 硬化挙動の測定

所定の割合で混合した樹脂液を減圧下で脱溶媒化し、これをレオロジ社製ソリキッドメータMR300のコンプレート上に注ぎ、昇温速度5℃/分で系の動的弾性率G'の変化を測定して、硬化過程を検討した。

また、同時に反応による熱の出入りを理学電機(株)製T

G-8110、昇温速度5℃/分で測定した。

2-4 熱分解温度の測定

硬化物の熱重量分析は、示差熱天秤装置TG-8110（理学電機㈱製）を用い、昇温速度10℃/分で500℃まで測定し、10%重量減をもって熱分解温度とした。

3. 結果及び考察

3-1 変性尿素/14G系における硬化

アルコール変性尿素/14G系について、BPO及びDCPを開始剤として使用した場合の硬化についてレオメータによる結果を図1、2にDSCによる結果を図3、4に示している。図1は開始剤としてBPOを使用し、図2にはDCPを開始剤として使用した時の様々な14G含有量について系の動的弾性率 G' の変化を温度を横軸にとっている。図1から、BPOを開始剤として使用した場合低温側では温度上昇と共に系の粘度低下に伴う弾性率 G' が低下し、約80℃から硬化が始まり G' は大きく変化していることが見られる。14Gの場合約80℃で G' は急激に上昇し、変性尿素の場合では G' は80~180℃と広い温度範囲で上昇し、14Gが多くなるにつれて曲線は14Gのそれに近づいて

いることがわかる。また図3、4にTG-DSCによる結果を示した。変性尿素初期縮合物では、80℃から重量は減少してゆき170℃付近で急激な重量減少と同時にDSCの吸熱ピークが存在している。14Gを20wt%含む尿素初期縮合物では、BPOを開始剤とした場合、80℃で14Gのラジカル重合による発熱反応があり、180℃付近で重量減少と吸熱ピークが見られる。これらの結果から次のことが考えられる。BPOを開始剤として使用した系では約80℃で14Gの重合反応が進行しその後ゆっくりと変性尿素的縮合反応が始まる。つまり、重合反応が縮合反応よりさきに進行していると思われる。一方DCPを開始剤として使用すると図2に示したように、低温側では温度上昇と共に系の粘度低下に伴う弾性率 G' が低下し硬化が始まると G' は大きく変化していることが見られる。14G単独では約110℃に G' の急激な上昇があり硬化初期については、変性尿素よりもむしろ遅くなっていることがわかる。変性尿素/14G系では硬化の始まりは変性尿素的縮合反応が80℃付近で始まり110℃を越えると重合反応による G' の急激な上昇が見られ、この傾向は14G含有

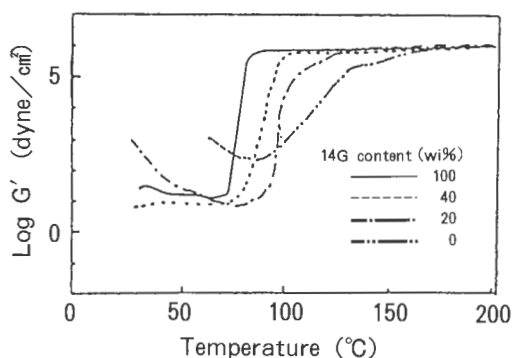


Fig. 1 Dynamic modulus G' for mixture of urea and 14G monomer using BPO.

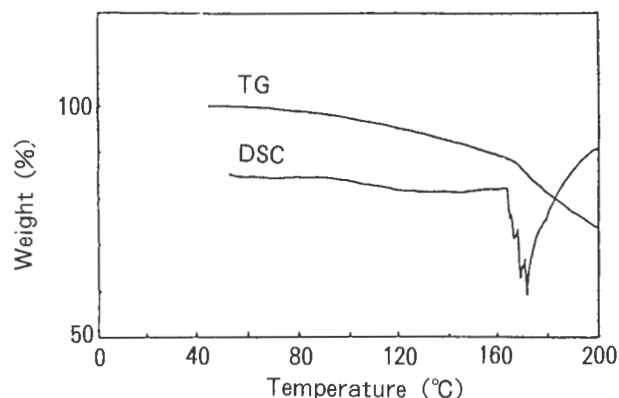


Fig. 3 TG and DSC curves for urea

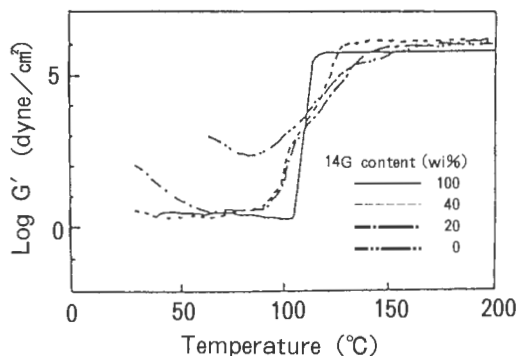


Fig. 2 Dynamic modulus G' for mixture of urea and 14G monomer using DCP

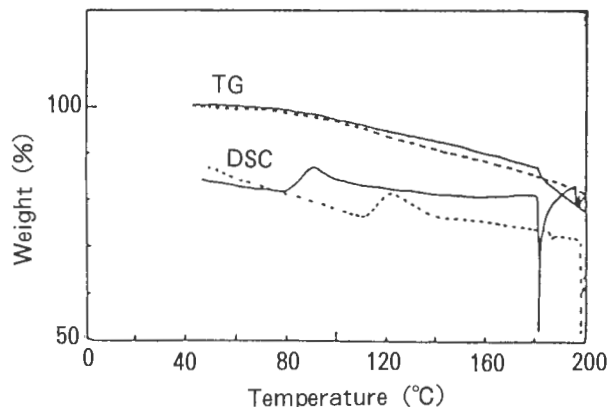


Fig. 4 TG and DSC curves for mixture of urea and 14G monomer (20wt%) using BPO (—) or DCP (---)

量が多いほど顕著になってくる。またDSCによる結果では図4に示すように110℃からラジカル重合による発熱反応があり、190℃付近に吸熱ピークが見られる。これらの事からDCP開始剤系では次のことが言える。つまりこの系ではまず変性尿素がゆっくり縮合しある温度(110℃)になると重合反応が進行し、重合反応が終了しても縮合反応が進行している、つまり重合反応と縮合反応はほぼ同時期に進行しているものと考えられる。

尿素樹脂初期縮合物は、80℃から縮合に伴う硬化反応が進行してゆき見かけ上T_gがあがり約120℃で固体状のものになる。しかしこの温度では硬化はまだ不十分でさらに温度を上げることにより完全硬化物が得られる。170℃付近での急激な吸熱ピークがこのことを示唆している。尿素樹脂に14Gを加えていくと尿素樹脂の分子鎖の運動は抑制され、分子間の反応が起こりにくく吸熱ピークが高くなったものと思われる。また、最終硬化温度160℃のものはこのような吸熱ピークはなく200℃における重量減少も約2%と低いので、160℃を最終硬化温度とした。

3-2 変性尿素/14Gの熱的性質

このようにして得られた変性尿素/14G硬化物の熱分解曲線から得られた熱分解温度及び500℃における残存率と14G含量との関係をDCP硬化体の場合を図5に、BPO硬化体の場合を図6に示す。図から、

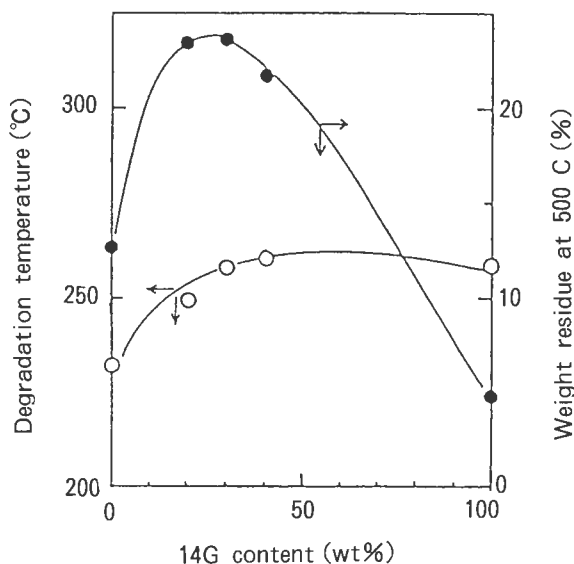


Fig. 5 Degradation temperature and Weight residue for resin of urea and 14G using DCP.

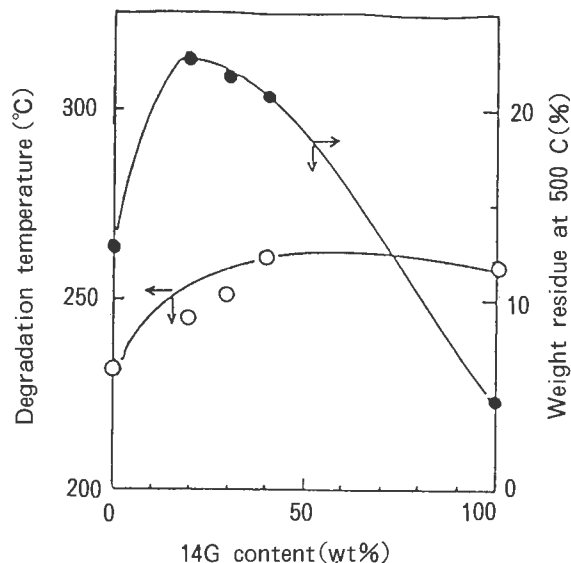


Fig. 6 Degradation temperature and Weight residue for resin of urea and 14G using BPO.

DCP硬化体もBPO硬化体も熱分解温度は14G含量と共に高くなり30wt%では尿素樹脂に比べて約20℃高く、40wt%では14Gポリマーより2~3℃高くなっていた。500℃における残存率は14G、尿素樹脂では5~12%と小さいが、14Gを尿素樹脂に加えていくことによって20~25%と高くなっていることがわかる。このように尿素樹脂を14Gでアロイ化することにより耐熱性が若干向上したものと考えられる。

4. まとめ

尿素樹脂に14Gを加えてポリマーアロイ化による改質を検討した結果次のことがわかった。

- 硬化はラジカル開始剤の種類によって異なった挙動を示す。
- 熱分解温度は、少し高くなり500℃における残存率も高くなった。

文 献

- 1) 高分子学会編、"熱硬化性樹脂とその加工" p186~271 他国書館 (1969)
- 2) 秋山三郎、井上隆、西敏夫、"ポリマーブレンド"、シーエムシー (1979)
- 3) 高分子学会編、"ポリマーアロイ基礎と応用" 東京化学同人 (1981)
- 4) 伊藤修、久保田静男、第37回高分子研究発表会 (神戸)、p24 (1991)
- 5) 願平 3-215061
- 6) 高分子実験学第5巻、455 (1980)

駆動用ベルトの粘着物の分析

中岡 忠治*

要 旨

自動車補機駆動用ベルトに付着した粘着物の分析をX線光電子分光分析装置(ESCA)、走査型電子顕微鏡(SEM)、赤外分光分析装置(IR)、蛍光X線分析装置(XFA)を用い分析した。その結果粘着物はベルトが摩耗し出来た微粉末が圧縮されベルト表面に付着したものとの結果を得た。

1. 緒 言

クロロプレンゴムは耐候性、耐油性耐酸化、耐薬品性に優れ、又他のゴムに比べ燃えにくい等の利点を持っており、これらの利点を生かして耐油ホース、電線被覆、工業用手袋等にと幅広く利用されています。今回測定対象としたゴムベルトもクロロプレン共重合体に老化防止剤、軟化剤、金属酸化物等を加え熱処理後製品としたもので品質が安定しており、又機械的強度も強く信頼性の高いものです。しかしこれら製品の中にはベルト表面に粘着様のものが付着しているものもあり付着物質量もまちまちである。本研究ではより高品質な製品供給のための材料設計をしていくうえでこの付着物に対して詳しく調べておく必要があるとの認識から付着物に焦点を当て、ESCA、SEM、IR、XFAにより分析すると共に、ベルト内部の変質に付いての検討も併せて行った。

2. 実 験

2.1 試 料

ベルトは未使用のもの、付着量の少ないもの、付着量の多いもの計3点使用。

2.2 測定項目

- 1) X線光電子分光分析による表面分析
- 2) 赤外分光分析による官能機の分析
- 3) 走査型電子顕微鏡による表面の観察
- 4) 蛍光X線分析による定性分析

3. 結果及び考察

ESCAの測定結果から、炭素ピークに付いてカーブ分割を行うと粘着物のついた試料からはグラファイト系の炭素ピークが存在し、ピークの大きさは粘着物量に比例しています。図1-図3にカーブ分割結果を示します。ベルト内部については3試料とも同一結果でグラファイト系炭素を示すピークは認められなかつ

た。IR測定結果はクロロプレンゴムのパターンを示しゴムの変質、劣化による顕著な違いを見いだすことが出来なかった。走査型電顕による観察では粘着物の多い試料表面に亀裂が多く発生し、付着物量に関係していることが解ります。写真4-写真6に電顕による観察結果を示します。蛍光X線により含有元素(F-Uまで)の違いを調べたがいずれも同じ結果であった。

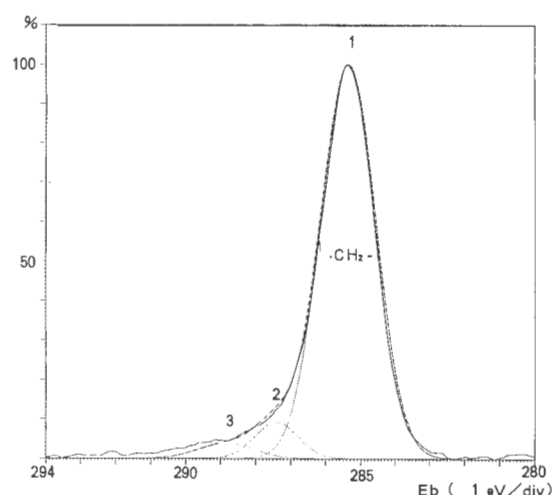


図-1 ベルト(未使用)

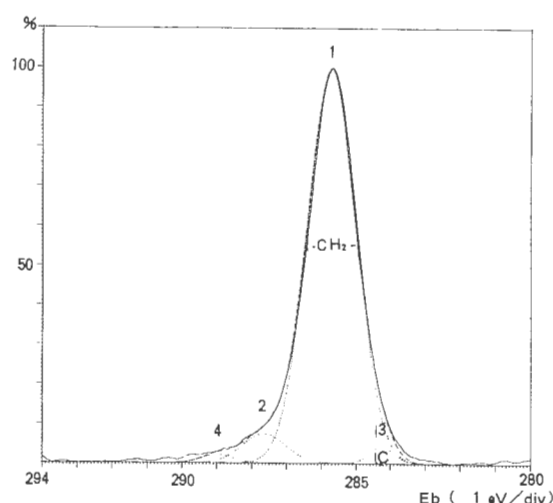


図-2 ベルト(付着物少量)

* 化学食品部

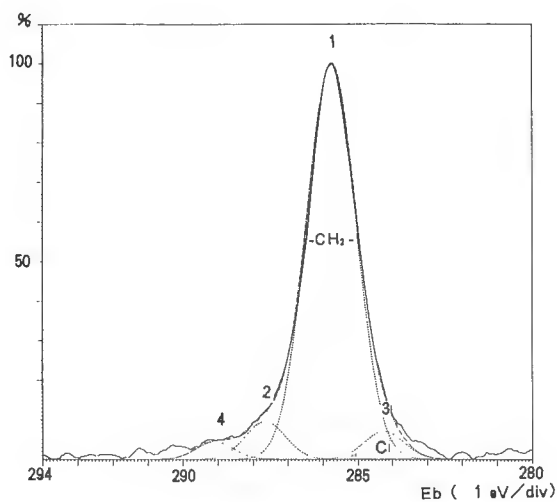


図-3 ベルト（付着物多量）



写真-6 ベルト（付着物多量）

4. まとめ

粘着物の付着した試料表面にはグラファイト系炭素が存在すること、走査電顕による観察では亀裂が発生していること又、赤外分光の測定では材質の劣化は顕著に現れていない等これらの結果から粘着物は、ゴム製造時に混合するカーボン末が攪拌、混合不十分のため表面部分に遍在している。そのため表面部分が弾性に欠け脆くなるが故に亀裂が生じ、その部分が伸縮を繰り返す度に微粉末の発生が起こる。従って粘着様物質の多いベルトでは微粉末の発生、圧縮が繰り返されるためこれらの現象が生じるのではないかと考えられます。



写真-4 ベルト（未使用）



写真-5 ベルト（付着物少量）

清酒製造工程よりの廃活性炭利用による染色排水処理

中岡 元信* 中岡 忠治* 由良 好史* 三原 英子* 前田 龍一* 田村 禎男*

要 旨

清酒製造工程で、色、香りの調整に使用され、廃棄される粉末活性炭が染色排水処理剤として再利用可能かの検討を行った。廃炭は水分率55%で、そのままの状態での染料及び染色排水に対する吸着能は、乾燥重量当り新炭の1/2の残存が認められた。既吸着物質の溶出は10%あり、105℃で2時間乾燥することで3%迄低下した。この溶出物は易生物分解性であり、活性汚泥により賦活が可能であった。この生物賦活炭を共存させることで、活性汚泥法による染色排水の処理水質の向上が認められた。

1. 緒 言

清酒製造工程中で、色、香り、アルコール度数の調整に粉末活性炭が使用される。これらの使用済み粉末炭にはいくらかの吸着能が残存しているが、微粉炭で取扱が困難であるし、量的にもそう多量に発生しないということもあって、それを排水処理に再利用しようという試みはなされていなかった。しかし、平成3年11月から「着色度等規制条例」が施行されたことによって、和歌山市内の染色工場、化学工場ではより高度な排水処理を行っていかねばならない状態に追い込まれている。高度処理としては活性炭吸着法も一つの有効な方法であり、多くの事業所がこの方法を採用した場合、活性炭価格の高騰、品不足ということも生じて来る恐れがある。その対応として廃炭の再利用が考えられ、そのための研究も意味を持つものと思われる。

ここでは、今年度から5か年計画で開始された「排水処理対策研究事業」として、廃炭を利用した染色排水処理について検討を行い、若干の知見を得たので報告する。

2. 実験方法

廃活性炭に残存する吸着能の測定は、3種類の反応性染料（C.I Reactive Orange12, Blue5、Black5）と実際の捺染工場の処理水を使用し、JISK-1474に準じて、吸着等温線を求めることによって行った。

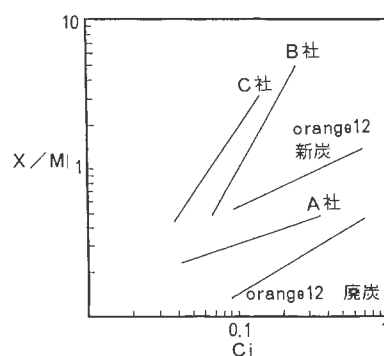
廃活性炭からの有機物質の溶出量は、浴比1:10、温度25℃で24時間の振とう抽出を行い、抽出液のCODを測定することによって求めた。また、廃活性炭を105℃で2時間乾燥した後同様の実験を行い乾燥による揮発分の減量をも測定した。これら脱着物質の生分解性は、JISK-3363に準じた振とう培養法の繰り返しにより求めた。

廃活性炭の生物賦活は、回分式活性汚泥法で行い、それに続いて、実際の捺染排水処理水を曝気槽に投入

して、着色度、CODの変化を測定した。また、上述の反応性染料の等量混合物を曝気槽内濃度で50mg/lとなるよう調整、投入し、その脱色をも観察した。これより一連の回分式活性汚泥処理は温度25℃、空気量0.3vvmにて行った。併せて、賦活活性炭を添加しない系での実験も行い、結果を比較した。

3. 結果と考察

実験に使用した廃炭は、等1図の吸着等温線及び第1表のフレンドリッヒ式での定数（K）の値に示すように、新炭の1/2～1/3の吸着能が残存している。また、吸着等温線の包配（1/nの値）に示すように対象排水に対する処理性は、新炭と廃炭に差はみられない。



第1図 吸着等温線の一例

第1表 フレンドリッヒ定数

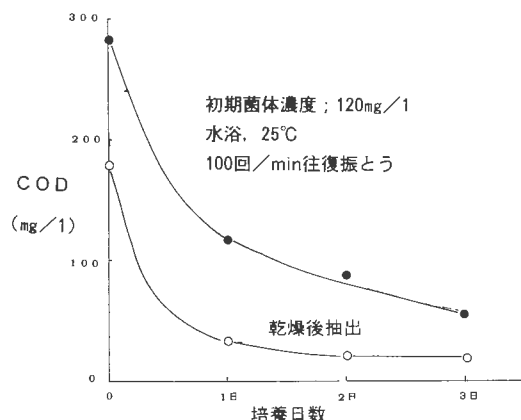
試料	活性炭種類	定数	K	1/n
Reactive Orange 12	廃炭		5.6	0.584
	新炭		16.3	0.469
Reactive Blue 5	廃炭		7.8	0.689
	新炭		12.7	0.530
Reactive Black 5	廃炭		9.5	0.770
	新炭		20.0	0.030
A社処理水	廃炭		0.7	0.335
	新炭		48.0	1.584
B社処理水	廃炭		130.0	1.789
	新炭		55.0	1.515
C社処理水	廃炭		63.0	1.792
	新炭			

注) 染料は濃度単位、処理水は吸光度単位

* 化学食品部

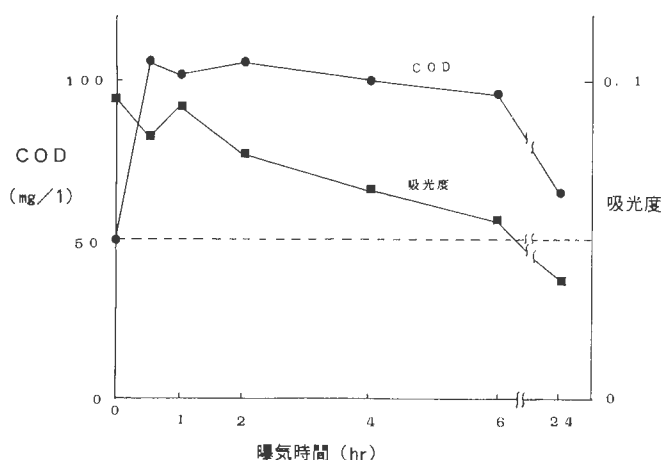
このことは、廃炭が再利用可能な資源としての価値を持っていることを示すものである。

廃炭は水分率が55%であり、それを直接抽出することにより、脱着してくる有機物量は乾燥物換算でCODとして102mg/gであった。しかし、105℃で2時間乾燥することで29mg/gまで減少した。脱着物の74%は揮発性の物質であるといえる。これら直接抽出物と、乾燥後抽出物の生分解性を示したのが第2図である。



第2図 廃炭抽出液の生分解法

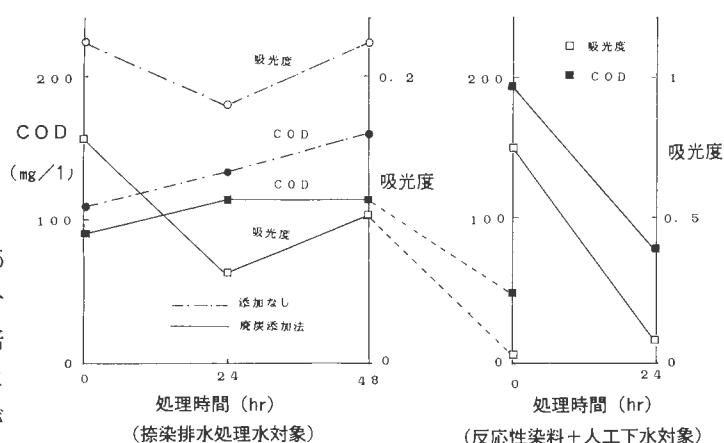
図に示すように、COD/菌体が濃度比で3.2-1.5で、1日の振とう培養によってCODの60-70%が分解された。また、図には示していないが、3日間の培養終了後新たな抽出液を加え、初期のCODレベルに戻して再度振とう培養を行った結果でも同様の減少が観察された。廃炭からの脱着物の生分解性はいずれの場合も相当高く、このことは、廃炭の生物賦活の可能性を示すものである。その実証のために、回分式活性汚泥処理実験装置の曝気槽 (MLSS 1500mg/l、残存COD 50mg/l) に1000mg/l濃度となるよう、105℃で2時間乾燥した廃炭を添加し、曝気を行って有機物質の収脱着を測定した。その結果が第3図である。曝気槽内には、400nmでの吸光度で0.095程度の着色が残存していて、それが廃炭に吸着、除去される過程も同図に示している。



第3図 廃炭添加による曝気槽内収脱着変化

廃炭添加後30分で初期脱着によりCODは55mg/l上昇する。この脱着物が微生物によって分解されることによるCODの低下と、それ以後に脱着される有機物によるCODの増加が数時間平衡状態を保ち、その後、脱着量の減少で槽内CODは低下し始めるが、それが初期のレベルに戻る迄には24時間を要している。着色は30分で一旦減少するが、脱着成分の着色のため、1時間では増加し、その後廃炭への吸着速度が脱着速度を上回るため、暫時減少してくる。

この24時間の処理で、廃炭はほぼ従来の能力を取り戻したと考えられる。この賦活活性炭を共存させた回分式活性汚泥処理を、実際の捺染排水処理水 (凝集-活性汚泥処理) と、3種類の反応性染料の等量混合物に対して行った結果が第4図である。



第4図 回分式活性汚泥処理結果

賦活性活性炭を共存させた処理系では、着色成分の吸着という点で、共存しない処理系に比べ著しい効果が認められるものの、有機物に対しては、処理対象排水はすでに高度に処理されていることから、処理時間を長くしても、いたずらに汚泥の自己分解によるCODの上昇を招くだけの結果となっている。また、脱色に対しても、処理時間が長くなれば同様の傾向を示している。48時間の処理の後、槽内のCODを50mg/l、吸光度0.05に調整し、反応性染料と人工下水によってCODを195mg/l、吸光度を0.75迄増加させ、24時間の処理を行った。共存する活性炭の効果によって、吸光度は0.1以下に迄減少し活性炭共存による処理は特に着色成分の除去には優れていることがここでも示された。このような定性的な検討のみではあるが、清酒製造工程よりの廃活性炭が、活性汚泥処理を行っている工場排水の高度処理に利用できる可能性が明らかとなったといえる。今後、さらに定量的な検討を加えていきたいと考えている。

梅酒の高品質化に関する研究（3）

—バイオリアクターによる生産—

高辻 渉* 池本 重明* 阪口 奉平** 南 広己*

要 旨

固定化酵母を充填した3段式ソロバン型バイオリアクターを用いて発酵梅酒を生産した。使用酵母は当センターが糖抽出梅果汁から分離した酵母（P-1）を用いた。基質としては、市販梅酒を1.5倍および2倍希釈したものを用いた。基質が2倍希釈の場合、アルコール11%の発酵梅酒を30日間安定に生産することができた。1.5倍希釈の場合、アルコール13%の発酵梅酒を25日間生産することができたが、その後アルコール生産性が低下した。

1. 緒 言

バイオリアクターを使用して梅酒を発酵させ、ワイン風味の梅酒を開発する研究を行っているが、前報¹⁾では梅酒発酵に関する最適条件の検討について報告したが、今回はそれらの結果を基に、ソロバン型バイオリアクターを用いて連続生産を行ったので報告する。

2. 実験方法

(1) 酵 母

本センターが糖抽出梅果汁より分離した酵母（P-1）²⁾を使用した。

(2) 固定化酵母の調整

常法により、アルギン酸カルシウムで酵母を固定化した¹⁾。

(3) バイオリアクター

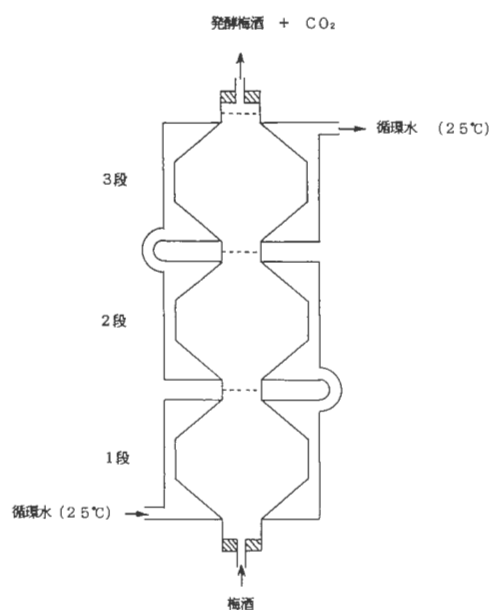


図1 3段式ソロバン型バイオリアクター

図1に示したような1段が300mlの3段式ソロバン型カラムリアクター（東京理化製）に固定化酵母を1段当たり150mlの割合で詰め、梅酒の希釈液（0.2%塩化カルシウム含有）を下部流入方式でリアクターに送入した。

(4) 分析方法

一般成分分析：前報の通り行なった¹⁾。

有機酸：電気伝導度検出器を用いた高速液体クロマトグラフ有機酸分析システム（島津製作所製）により測定した。

アミノ酸：OPA法によるアミノ酸分析システム（島津製作所製）により測定した。

香気成分：ヘッドスペースガスクロマトグラフ（島津製作所製）により測定した。

生菌数：平板培養法で測定した。固定化酵母はpH 6.9のリン酸緩衝液で溶解した後測定した。

3. 結果及び考察

(1) バイオリアクターによる生産

3段式ソロバン型バイオリアクターに固定化酵母（P-1）を充填し、基質として1.5及び2倍希釈の梅酒を用い、連続的に発酵させた結果を図2に示した。

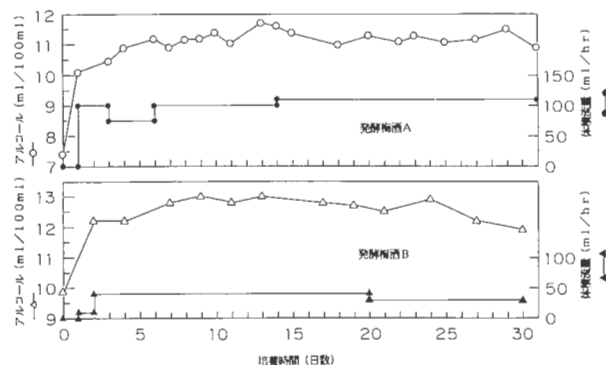


図2 バイオリアクターによる発酵梅酒の連続生産

発酵梅酒A：2倍希釈した梅酒を発酵させたもの
発酵梅酒B：1.5倍希釈した梅酒を発酵させたもの

* 化学食品部 ** 木の国酒造(株)

運転方法としては、最初に基質をリアクター内に注入した後その供給を1日間止め、リアクター中の酵母を基質と馴染ませると同時に目的とするアルコール濃度付近まで発酵させた。

基質が2倍希釈の場合、初期保持時間1日でアルコール濃度が10%にまで達し、その後平均体積流量120ml/hr（空間速度 $S_v = 0.13\text{hr}^{-1}$ ）で運転することにより、運転開始4日目から30日間アルコール濃度11%の発酵梅酒（発酵梅酒Aとする）を連続的にしかも安定に生産することができた。

1.5倍希釈の場合、運転開始後2日目より平均体積流量を40ml/hr（空間速度 $S_v = 0.044\text{hr}^{-1}$ ）として運転することにより7日目よりアルコール13%の発酵梅酒（発酵梅酒Bとする）を連続的に生産することができた。しかし25日目頃からアルコール生産性が低下した。

(2) リアクター内の生菌数の変化

リアクター内の酵母の生菌数の増減は、アルコール生産性に大きな影響を与えるものと考えられる。そこでリアクター運転中における生菌数の変化を調べた。表1にその結果を示した。

表1 リアクター内の生菌数の変化

固定化粒子内 ($\times 10^6$ 個/ml)						
日数	発酵梅酒A			発酵梅酒B		
	1段	2段	3段	1段	2段	3段
0	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
30	1.6	4.8	2.4	0.6	0.1	0.04

溶液中 ($\times 10^6$ 個/ml)						
日数	発酵梅酒A			発酵梅酒B		
	1段	2段	3段	1段	2段	3段
9				4.3	4.8	6.6
18	7.1	11.0	7.2			
19				2.5	6.2	2.5
30	3.7	9.5	10.0	3.3	4.8	5.2

発酵梅酒Aの生産の場合、運転中の菌濃度は安定しており固定化粒子内には 10^9 個/ml、液中には固定化粒子から漏出した酵母が 10^6 個/ml存在した。

発酵梅酒Bの生産の場合、液中の菌濃度は 10^5 個/mlと安定していたが、固定化粒子内においては運転開始時に 10^9 個/mlであったのが、30日目には1, 2段で 10^6 個/ml、3段目では 10^7 個/mlまで生菌数が減少していた。これは高酸度、高アルコールが影響しているものと考えられる。

(3) 発酵梅酒の成分

梅酒と発酵梅酒の成分の比較を表2に示した。

表2 梅酒及び発酵梅酒の一般成分

分析項目	梅酒	発酵梅酒A	発酵梅酒B
アルコール(ml/100ml)	14.8	11.1	13.0
直接還元糖(g/100ml)	18.1	3.3	5.5
Brix (%)	23.8	8.2	11.6
酸度(ml/10ml)	13.0	7.2	9.5
pH	2.8	3.0	2.8

梅酒はアルコール分に対する糖分の割合が高く、ジュース的な風味を持つリキュールであるが、発酵梅酒は成分的にもアルコール、糖、酸のバランスのとれた、ワイン的な発酵酒となっている。発酵梅酒Aは酸味の利いた辛口タイプ、Bは糖分が少し残った甘口タイプとなり、糖と酸のバランスが味への大きな要因となった。特に発酵梅酒Aの場合、糖分が3%未満になると酸味がかなり強調された。

有機酸の定量結果を表3に示した。

表3 梅酒及び発酵梅酒の有機酸組成

有機	梅酒	発酵梅酒A	発酵梅酒B
リン酸	448	145	178
α -ケトグルタル酸	nd	8	trace
クエン酸	5600	2410	3600
ピルビン酸	trace	52	39
リンゴ酸	818	587	505
コハク酸	nd	234	200
乳酸	nd	54	111
ギ酸	70	50	43
酢酸	41	370	437

(ppm)

梅酒中にはクエン酸が80%と大半を占め、次いでリンゴ酸等が多く含まれていたが、発酵によりクエン酸、リンゴ酸は変化しないが酢酸、コハク酸、乳酸が新たに生成した。

表4に香気成分の測定結果を示した。

表4 梅酒及び発酵梅酒の香気成分

香気成分	梅酒	発酵梅酒A	発酵梅酒B
アセトアルデヒド	17.6	39.8	32.9
酢酸エチル	12.4	25.3	20.0
ベンズアルデヒド	9.1	trace	trace
酢酸イソブチル	nd	8.6	15.2
イソアミルアルコール	trace	44.6	51.1

(ppm)

梅酒にはアセトアルデヒド、酢酸エチル、ベンズアルデヒド等が含まれているが、発酵梅酒には新たに酢酸イソブチル、イソアミルアルコールが生成しており、

酢酸エチルなども増加した。

このように発酵により有機酸組成、香気成分組成ともに複雑になり、エステル類も生成され、発酵梅酒は梅の香りに発酵風味が付与された酒となった。

表. 5 には遊離アミノ酸の測定結果を示した。

表 5 梅酒および発酵梅酒の遊離アミノ酸組成

アミノ酸	梅酒	発酵梅酒 A	発酵梅酒 B
Asp	40.8	0.9	10.3
Asn	288.7	trace	101.1
Glu	2.8	1.0	18.1
Pro	7.5	1.5	10.9
Gly	3.8	0.2	8.9
Ala	30.1	0.4	20.4
Cys	0.5	0.1	0.2
Val	10.1	0.2	1.2
Met	0.7	0.7	0.4
Ile	6.6	0.2	0.1
Leu	10.9	nd	0.2
Tyr	4.2	0.4	1.5
Phe	5.6	0.1	0.2
His	10.9	4.4	6.1
Lys	3.8	0.2	0.1
Arg	3.1	0.2	2.9

(ppm)

梅酒の遊離アミノ酸は、垣内ら³⁾が報告している梅果実中の遊離アミノ酸と同様にアスパラギンが大半を占め、次いでアラニン、アスパラギン酸などを多く含んでいて、発酵により遊離アミノ酸がかなり減少した。

4. ま と め

市販梅酒を原料にして、バイオリアクターを用い発酵梅酒を連続生産した。

1) 基質として梅酒の2倍希釈を用いた場合、空間速度 0.13hr^{-1} でアルコール11%の発酵梅酒を30日間安定に生産することができた。

2) 基質が1.5倍希釈の場合、空間速度 0.044hr^{-1} でアルコール13%の発酵梅酒を連続生産することができたが、25日目頃からアルコール生産性が低下した。これは基質が高酸度、高アルコールのために生菌数が減少したためと考察された。

3) 生成した発酵梅酒中にはクエン酸、リンゴ酸、酢酸、コハク酸、乳酸等の有機酸及び酢酸イソブチル、イソアミルアルコール、酢酸エチル等の香気成分が存在し、従来の市販梅酒に比べ酒質のまろやかなワイン的な梅酒を造ることができた。

文 献

- 1) 高辻 渉、池本重明、南 広己、阪口奉平：和歌山県工業技術センター研究報告（平成2年度）、P.46
- 2) 池本重明、南 広己：和歌山県工業試験場報告（昭和63年度）P.49
- 3) 垣内典夫、森口早苗：日食工誌、32、677（1985）

キャップパッキンの画像処理による面積測定

岡本 良作*

要 旨

パソコンをベースにした画像処理技術による工場の自動化の可能性の試みに、市販の安価なメモリー付き加型の画像処理ボード、CCDカメラ、モニターの最小限度のハードウェア環境を構成した。適切な光量の決定、キャップパッキンの画素数の経時変化の度合を測定した。画像処理ソフトは、パソコン上でセルフ開発の環境を構築し開発し、ソフトウェアの負荷を減らすための画像処理環境条件についても検討した。試験室レベルから、工場に設置するために、処理速度が重要な因子にあげられるために、プログラムの実行速度についても測定し、今後実用に使用出来るか検討した。

1. 緒 言

物体の面積を求めるに、画像処理の手法に画像のある輝度レベルでスライスして2値化する手法が通常よく利用される。パソコンの背面にある拡張スロットに挿入して使われるメモリー付加型の画像処理ボードは、画像処理用の専用プロセッサ搭載型に比較して、1/10～1/100程度の処理速度でおのずから限界がある。とくに、自動化にこれらのシステムを使用するには、画像処理の照明等の環境を最適に選択し、ソフトウェアへの負荷を出来る限り低減しなければ実用的に使用できない。

例えば、工業製品等の面積を求めるに、単純な形状、正方形、長方形の形状の場合には、それほど困難でないが、自由曲線で囲まれた製品を測定するには、人手と熟練度を要する。本システムは、パソコンにメモリー付加型画像処理ボードを使用し、対象物に黒色のキャップパッキンを選択し、照明の適性化、処理速度の測定を行い、実用化に向けて必要とする問題点を抽出した。

2. 画像システムの構成

パソコンをベースにした画像処理システムには、ソフト処理型、メモリー付加型に属する。パソコンは、市販のPC-9801V2 (NEC製) に50Mハードディスクを使用した。照明関係は、リング状の蛍光灯4本を垂直方向に等間隔に配置した。画像処理ボードは、市販のFDM4-256 (株) フォトロン) を使用し、画像出力のDAコンバータは6ビットモードで使用した。CCDカメラには、model XC-57 (ソニー(株)) にAF MICRO NIKKOR 60mm/mをF-C MOUNT LENS ADAPTERを介して取り付けた。カラービデオモニタは、AV-M150S

型 (ビクター(株)) を、ビデオグラフィックプリンタは、UP-850 (ソニー(株)) をそれぞれ使用した。ストレージョシロスコープは、2430型 (テクトロニクス) をプログラムの実行速度の測定に使用した。

3. ソフトウェアの開発

パソコン上での画像処理のソフトウェアの開発環境は、MS-DOS (3.3B) の管理下で、記述言語はMS-C (Ver 5.1) で行なった。モデルは、スモールモデルでプログラムを作成した。ソフト-aは、任意の位置での画像データ23×24画素 (縦×横) をパソコン本体のメモリーに取り込み、そのデータをCRTに表示する。マウス操作で反転画像データ23×24 (縦×横) が自由に移動できる機能からなる。ソフト-bは、カラービデオモニタに映されているウィンドウ内の画像データを一定時間ごとに取り込み、プリンタに結果を出力する機能からなる。

4. 測定結果

試料は、公称外形19 (mm) の市販のキャップパッキンをマイクロメータで測定方向を45度づつずらして4箇所を測定した結果、19.19 (mm) の実測値を得た。試料は、白地のカラーコピー用紙の上に置き、ソフト-aを実行して観察すると、白地と試料の境界領域は、段階状に輝度データが形成されている。従って、白地の画素数、試料の画素数を測定するには、ある輝度データのレベルでスライスして両者を区別しなければならない。そのレベルは、両者の組み合わせ、照明の条件、CCDカメラの特性等で条件が異なる。試料に照射する光量を35 (mm) カメラレンズの絞り値F=4.0、での57344画素の画像データと頻度の関係を図-1に示す。実験は、F=4.0の光量での試料のヒストグラムで、白地と試料の頻度分布がオーバーラップしているため適正光量でない。そのため、F=5.6～8.0で測定し

* 機械電子部

た。適正光量のゆらぎを平均化するために、 $F = 5.6$ 、 8.0 での試料の各データを10回測定した平均値の頻度分布を図-2に示す。図-2で、破線は、 $F = 5.6$ の条件下での試料の画像濃度と頻度の関係を示す。同様に実線は、 $F = 8.0$ の条件下での試料の画像濃度と頻度の関係を示す。 $F = 5.6 \sim 8.0$ の範囲であれば、ほぼ適正光量と判断できる。別の測定から、映像の垂直方向、水平方向の拡大率を測定すると、 $20(\text{mm})$ が184、178画素に相当する結果を得ている。試料の平均直径画素は、173.7画素と計算される。計算上の試料の画素は、23,690と推定される。 $F = 5.6$ 、 $F = 8.0$ での条件下でのそれぞれの10回平均値の輝度値と画素数の関係から、 $F = 5.6$ では、輝度値を25以下の画素数を合計すると、23,697になる。 $F = 8.0$ では、43以下の輝度値の画素数を合計すると、23,703になる。

同一試料の時間に対する安定性を測定するため、室温で、 $F = 5.6$ 、 8.0 の光量でスライスレベルを25、43に設定して、5分間隔ごとにスルー状態から映像を固定して120回測定した。 $F = 5.6$ 、 8.0 の結果を図-3に示す。 $F = 5.6$ の平均画素数は、23,784で、最大値と最小値の差は、84画素で、平均値にたいする差の割合は、約0.4%である。計算値の画素数に対する割合

は、最大画素23,838は、+0.6%、最小画素23,754は、+0.2%の誤差がある。 $F = 8.0$ の平均画素数は、23,776で、最大値と最小値の差は、74画素で、平均値にたいする差の割合は、約0.3%である。計算値の画素数に対する割合は、最大画素23,789は、+0.1%、最小画素23,715は、+0.2%の誤差がある。図-3で破線は、 $F = 5.6$ の条件下での10時間内での試料の画素数の変化、実線は、 $F = 8.0$ での変化を示す。

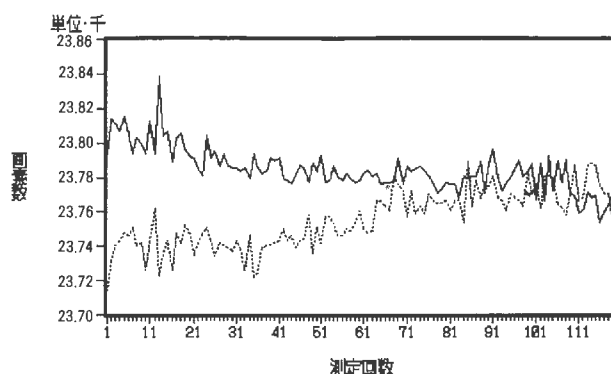


図-3 $F = 5.6 \sim 8.0$ での試料の画素数変化

絞り値 $F = 5.6$ の条件で、25輝度以下の画素数を測定するプログラムの実行速度は、830msの結果を得た。画像の取り込み、測定結果の表示・プリントアウトの処理時間をふくめても1秒以内に処理できると予想され、実用的には差し支えない範囲である。

4. まとめ

メモリー付加型画像処理ボードを用いた工業製品の計測・測定は、ソフトウェアの環境を整備すれば、非常に柔軟性のあるシステムが構築できる。対象物によっては、試験室レベルのシステムが工場に設置できる可能性がある。非接触による黒色のキャップパッキンの面積を求めるために、相対的な画素を求めるか、正確な面積を計測するケースでは、おのずと条件は異なる。後者の場合、標準の試料に対して、どの程度の精度で測定できるか、照明、機器の選択を注意しなければならない。本システムは、最小限の画像機器で、工場の自動化にするための条件等を試験室レベルで行った。ただ、メモリー付加型画像処理ボードの処理速度の制約からCCDカメラの映像補正を非常に単純化しているため、円形の形状には有効であるが、複雑な形状には補正の少ないCCDカメラの選択が必要であろう。

文 献

- 1) 「パソコン画像処理」テレビジョン学会編 花木真一 岩下正雄 寺**** 共著
- 2) 松山浩, 岡本良作, 「和歌山県工業技術センター研究報告」, P.60 (1991)

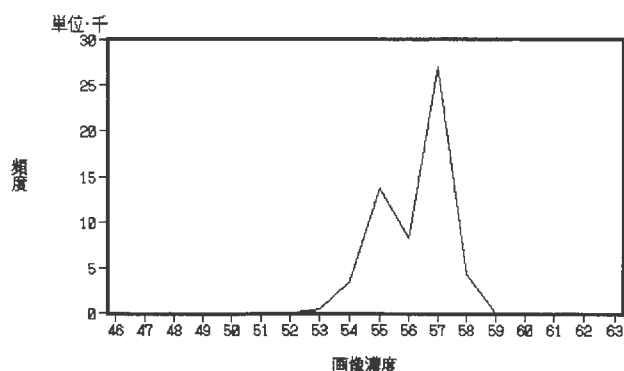


図-1 $F = 4.0$ での試料のヒストグラム

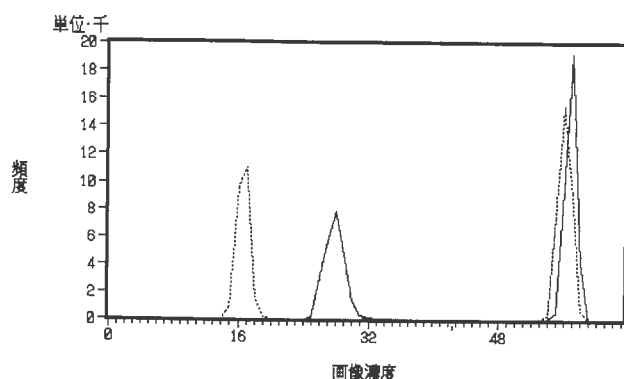


図-2 $F = 4.0 \sim 5.6$ でのヒストグラムの測定

画像処理システムを用いた煎餅焼き上がり 欠陥の自動識別に関する研究

前田 裕司*

要 旨

ハイビジョンタイプのカラー画像処理システムを使って、煎餅焼き上がり欠陥の自動識別について報告する。CCDカメラから得られたカラー画像のうち欠陥識別の容易な緑色モノクロ画像を取り上げ、欠陥抽出の前処理としてまず2値化画像を得る。次に欠陥としての大きさに関する制約条件の関連から、収縮-膨張処理を行いメジャーな欠陥部の抽出画像を作成する。その後画像計測によって欠陥のナンバリングと、各欠陥の周囲長、面積、円形度等の幾何学的パラメータを計算し作表する。最後に煎餅の生産ラインにおける実働タイプの欠陥検査選別装置に関するコメントを述べる。

1. 緒 言

視覚による製品検査の中でも色情報を含めた検査項目は食品関係や印刷関係等の検査工程に多く見られる。実際果実の熟度や野菜の鮮度の検査、魚種の選別ではカラー情報は不可欠である。以下ではハイビジョンタイプのカラー画像処理装置を用い、県内食品メーカーから依頼のあった煎餅焼き上がり欠陥の自動識別について述べる。欠陥は原料攪拌時に生じる気泡が原因で、焼き上がると穴や欠けの欠陥となり、現在全数目視検査を行っている。

2. 本 論

一般にカラー画像はCCDカメラによって空間標本化及びR（赤）G（緑）B（青）の3原色に分解され輝度を現わす電気信号に変換される。3個の電気信号は各々A/D変換器で量子化されて3個のデジタル

輝度情報としてコンピュータのメモリに置かれる。カラーモニタへは3個の電子銃に各々の輝度情報が送られCRT管面上で加算混色され元のカラー画像が再生される。一方各原色の輝度画像はモノクロ画像と同等に見られ、モノクロ画像に関する各種画像処理技法が適応される。

ところで3原色のモノクロ画像においては、各々黒い所はその成分に関する輝度が低く白い程輝度が高くなる。ゆえに元のカラーの色相によって成分の大きさは影響を受ける。また原画像の白色の部分は3成分とも高く、逆に黒色の部分は3成分とも低く現われる。この3成分を一つの3次元ベクトルと見れば、その方向と大きさによって色相、彩度、明度を表わすことができ、あらゆる色が表現できる。ゆえにこのベクトル的な取扱いによって、カラー情報に関する画像処理手法を利用した検査システムが構築できる。



写真 1 原画像



写真 2 G（緑）成分の画像

* 機械電子部

さて写真1は煎餅をカラーカメラで撮りモニター画面に映した画像の写真で原画像と同等である。鳥のマーク付近の白っぽい部分が、焼く前の生地（原料）攪拌時に混入する気泡による欠陥である。まず欠陥検査であるが、一般に原画像の3原色分解したモノクロ画像のうち、できるだけ欠陥が明確に判別できるものから処理対象画像に採用する。ここでは写真2に示すG（緑）のモノクロ画像を採用した。

まず画像処理において、ある輝度値より大きい輝度の所は真っ白に、小さい輝度の所は真っ黒に変換する2値化処理は、画像解析や画像理解の前処理としてあるいはデータ圧縮の観点からも重要である。

Gのモノクロ画像を適当な敷居値で2値化すれば写真3の2値画像が得られる。ここでは鳥のマーク付近の重要となる部分だけにウィンドを設定し、ウィンド内だけを処理している。この2値画像には小さな白画素部分が十数個見られるが、原画像と比較すると欠陥部分は少し大きな面積を占めており、小さい面積の物は欠陥とは言えない。これを除去する手法の一つに収縮処理、膨張処理がある。

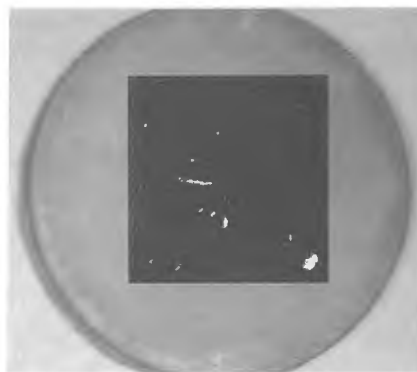


写真 3 2値画像

写真4は白領域を収縮処理した結果で小さな白画素部分が消えている。その後残った白領域を膨張処理すれば写真5が得られる。ここでは欠陥部分を誇張するため、膨張処理の回数を収縮処理より多く行っている。元の画像で近接した白領域は膨張処理によって連結される作用もある。最後に写真5のウィンドー内を白黒反転させ、各欠陥に番号付けした物を写真6に示す。

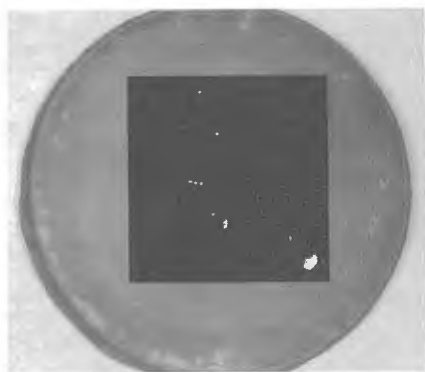


写真 4 白領域収縮画像

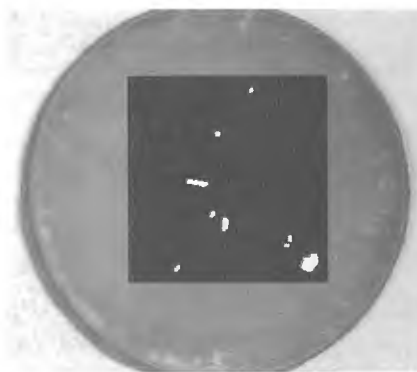


写真 5 白領域膨張画像

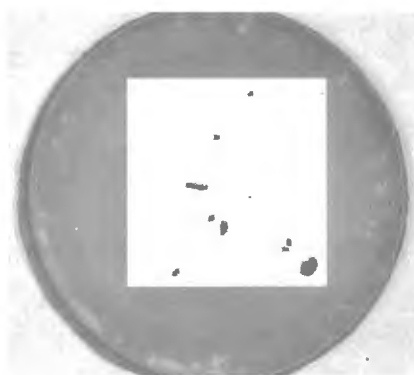


写真 6 欠陥抽出画像

欠陥は9個検出されており、各欠陥の周囲長、面積、円形度等の幾何学的パラメータを画像計測した結果を表1に示す。表内の数値はあるものを基準とした相対

値である。なお焼け具合の検査は欠陥領域を取り除いた領域に対する3原色カラーベクトルの一致度から判別できるが、詳細は省略する。

画像計測

No.	物体の周囲長（穴除く）	物体の面積（穴除く）	等価円の直径
1	55.070	214.000	16.506
2	59.657	260.000	18.194
3	163.455	967.000	35.089
4	65.899	291.000	19.249
5	110.626	755.000	31.004
6	60.827	255.000	18.018
7	54.827	204.000	16.115
8	182.082	1991.000	50.348
9	71.899	306.000	19.739

No.	形状係数1（凹凸）	周囲長、面積比	面積率	円形度係数（円らしさ）
1	1.128	0.256	0.100	0.887
2	1.088	0.229	0.100	0.917
3	2.198	0.168	0.300	0.455
4	1.187	0.225	0.100	0.842
5	1.289	0.146	0.200	0.774
6	1.154	0.238	0.100	0.865
7	1.172	0.268	0.100	0.852
8	1.325	0.909	0.600	0.754
9	1.343	0.234	0.100	0.744

表1 欠陥の幾何学的パラメータ

3. 結 言

カラー画像処理システムを用いた煎餅の焼き上がり欠陥検査について述べた。本システムは画像処理手法の評価用装置であり、実際の生産ラインにおける検査システムは処理機能の選択、処理時間、コスト等を考慮されなければならない。更に照明系やカメラ視野への被検査物の搬送メカニズム等全体システムとして捉え、そこにヒューリスティックスを持ち込んだシステムを構築する必要がある。

参考文献

- 1) 画像工学の基礎, 安居院猛 中嶋正之, 昭晃堂
- 2) 画像情報処理, 安居院猛 中嶋正之, 北森出版
- 3) 画像処理応用技術, 田中弘, 工業調査会

画像処理による微小機械部品の寸法検査装置の開発

新山 茂利*

要 旨

微小機械製造業において製品の出荷現場で行なう最終検査は、人手により目視で行われており、作業の省力化促進の観点からも検査の自動化が切望されている。今回、画像処理を利用して、製造工程に組み入れることが可能な微小機械の部品寸法検査装置を試作した。検査部品をカメラで撮影し得られた画像をもとに各種画像処理手法により寸法を割り出し、合否判定およびクラス分けを行なった。合否判定およびクラス分けのためのソフトウェア開発については検査部品の種類および選別等のメカニズムに依存しない部分と、検査部品の種類および選別等のメカニズムに依存する部分に分けて開発した。

1. はじめに

微小機械部品を製造する地場産業に於て自社製品の信頼性を高めるため、また不良品を出荷しないために、出荷時の全数検査が社会の情勢から見ても必須要件となりつつある。出荷現場では現在人手による目視検査が行なわれており、検査員のちがいによる検査結果のばらつきの排除、作業工程の省力化促進が切望されている。今回、画像処理を利用して製造工程に組み入れることが可能な微小機械の部品寸法検査装置を試作した。

2. 試作システム

2-1 システム構成

試作機は作業工程へ組み込む実働検査装置であることを前提として、比較的安価なパーツをもって構成した。図-1にその概要を示す。なお選別等のメカニカルな部分は製造機械装置を改造して使用した。

* コンピュータ

NEC(株) パーソナルコンピュータ

PC-9801VX2

工業用コンピュータFCシリーズとの互換性のある安価なNEC(株)のPCシリーズを選んだ。

* 実体顕微鏡

(株)ニコン SMZ-U

* CCDカメラ

ソニー(株) FDM77

* カラーモニター

ソニー(株) KX-14HD1

* 画像入力ボード

(株)フォトロン FRM1-512

* 機械電子部

512×512画素×8bit 画像メモリ搭載

* I/Oボード

ネオローク電子(株)

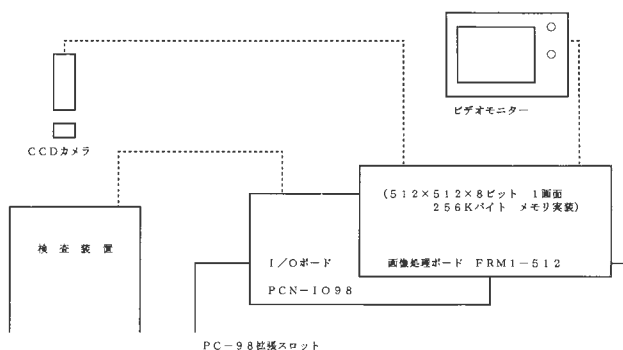


図-1 検査装置概要図

2-2 ソフトウェア開発環境

プログラムはパーソナルコンピュータの標準的なOSであるMS-DOS (Ver 3.3B) を使用し、MS-C (Ver 5.1A)、一部マクロアセンブラ (Ver 5.1A) で記述した。

2-3 寸法計測方法

検査部品を実体顕微鏡で拡大してCCDカメラで撮影した部品映像をA/D変換し、画像処理ボードのメモリに画像データとして記録した後、各種画像処理手法によって微小部分の寸法を計測し合否判定する。寸法計測法は、カメラで撮影した部品映像より、測定点を探索し、そのアドレス差から寸法を割り出す。

2-4 プログラミングについて

検査用ソフトウェアを開発するにあたって、まずビデオ画面にマウスカーソルを表示し、またX座標値、Y座標値、階調値等を取得する等の基本的な処理ユーティリティをいくつか作成し、寸法検査のプログラム開発を支援した。プログラミング方法は、CCDカメ

ラで撮影、A/D変換された部品映像信号は、画像入力ボードFRM-512（以下画像処理ボードという。）に実装されている256Kバイトの画像メモリに画像データとして記録する。画像データは512×512画素×8ビットで1画面を構成する。1画素当りの階調は8ビットで0～255の値をとり、白い画像部分は高い値を、黒い画像部分は低い値をとる。

画像処理ボードのメモリはコンピュータ側のユーザに開放されているメモリアドレスC000番地（16進数）からCFFFF番地までの64Kバイトに割り当てた。ボード上のメモリを4分割して64Kバイトを1バンクとし、4個のバンクを切り替えることにより、256Kバイトの全画像データの読みだし、書き込み及び各種の処理が行なえるようプログラミングした。

作成した主要なユーティリティを下記に示す。

* マウスカーソルを表示：C言語で記述

マウスカーソルを表示しX座標値、Y座標値、階調値等を取得し、カーソル近傍の階調値を表示する。

* 画像の2値化処理：C言語で記述

* 反転処理：C言語で記述

* 2次微分フィルター：C言語で記述

* 画像データをディスクに保存

：C言語＋アセンブラで記述

* ディスクから画像入力ボードに画像データを戻す

：C言語＋アセンブラで記述

なお、これらのユーティリティはメニューの選択により、処理プログラムが起動するようメニュー画面を構成した。また、これらのユーティリティにより処理した原画と処理結果を写真-1に示す

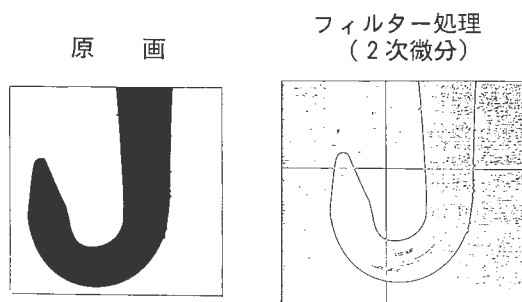


写真-1 処理結果

処理速度の測定にはテクトロニクス2430型デジタルオシロスコープを、またモニターTVの表示画像のハードコピーにはソニー(株)のコンポジット信号対応のビデオプリンターUP-850を使用した。

3. 結果および考察

寸法検査は、得られた部品画像より検査端点をそれぞれ探索し、そのアドレス差より寸法を割り出し合否判定するため、寸法に対する表示画素数を縦方向、横方向について調べた。X軸方向およびY軸方向に1mmのマイクロメータ（ニコン製）を画面いっぱいに表示し、その時の100ミクロンの表示画素数の変動画素数を表-1および表-2に示す。X軸方向およびY軸方向ともに変動幅は量子化誤差内であり、十分信頼性のおける値であった。

表-1 寸法（100μ）に対するX軸方向の表示画素数の変動

X座標	合計	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
32	416	1	0	1	0	1	1	0	1	0	1
66	415	0	1	0	1	0	1	1	0	1	0
105	415	0	1	0	1	0	1	1	0	1	0
215	416	1	0	1	0	1	0	1	1	0	1
250	416	0	1	0	1	0	1	1	0	1	1
290	416	0	1	1	0	1	1	0	1	0	1
385	416	1	0	1	1	0	1	1	0	1	0
420	416	0	1	1	0	1	0	1	1	0	1
458	416	0	1	1	0	1	1	0	1	0	1

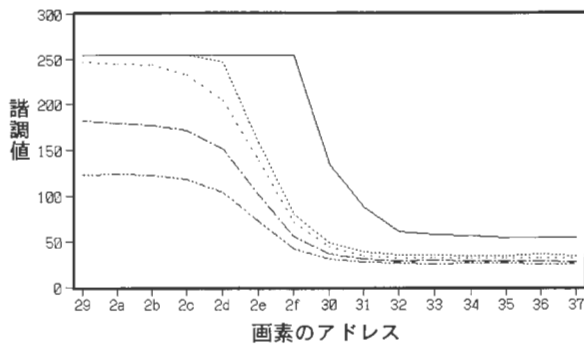
表-2 寸法（100μ）に対するY軸方向の表示画素数の変動

Y座標	合計	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
70	491	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
120	491	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
160	491	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
208	491	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
259	492	1	0	0	0	1	0	-1	1	0	0
295	491	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
385	491	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
436	491	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
480	491	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0

照明は背光系を採用した。照明強度をA>>256、B>256、C=247、D=214、E=181、F=123（透過光が直接はいる画素の階調値）の5段階の変化に対する映像検査端点付近の画素の階調値の変動を表-3及びグラフ-1に示す。

表-3 照明強度の変化に対する映像端点付近の画素強度

	29	2a	2b	2c	2d	2e	2f	30	31	32	33	34	35	36	37
A	255	255	255	255	255	255	255	134	88	61	58	56	54	54	54
B	255	255	255	255	247	157	80	49	39	35	35	34	34	36	34
C	247	245	243	233	205	138	71	44	34	32	32	32	32	32	32
D	214	212	206	204	177	115	61	38	33	31	31	31	31	31	31
E	181	179	177	172	152	101	55	36	31	29	30	29	29	29	28
F	123	124	123	119	104	72	42	31	28	27	26	27	27	26	26



グラフー 1 照明強度の変化に対する映像端点付近の画素の階調値変動

グラフー 1 は、横軸に画素のアドレスを、縦軸に画素の階調値を表わした。アドレス値の高い方、階調値の低い方が部品の映像側である。

照明強度 B、D、E、F、のいずれも 2 C 番地から画素の階調値が下がり初め 31 番地で安定する。また、いずれも 2 E 番地に变化の極大点がありその階調値も中間値である。また照明強度 A においては階調値の変化の極大点が他と数画素ずれるものの、全体的には、経時変化及び外乱光による影響の少ない安定した映像が得られた。

寸法計測プログラムならびにプログラミングを支援するため、個別に作成した基本的な画像処理プログラムを記述するにあたって、画像処理ボードの画像データは時間のかかる実メモリへの DMA 転送はおこなわず、C 言語のファープインタを使って直接参照するようプログラミングした。端点の検査位置探索の敷居値

は部品映像部分の階調値と空白部分の敷居値の平均を使用した。

寸法の検査プログラムは、同端点の検査位置探索プログラム、位置情報に対応するピクセル量の算出表示するプログラム、検査結果を評価し、選別用の信号を I/O ポートを通して選別機のシーケンサーに出力するプログラム等で構成した。

位置探索は検査部品の送り、選別等のメカニズム、カメラ取り付け方向等に依存するが、アルゴリズムを考える上で端点の探索はビデオ画面左から右へ、下から上へと探索するようプログラミングした。探索点が第 1 バンク、2、3 バンクのはぼビデオ画面の 3/4 の任意の位置にあっても探索するが、実働機では一つのバンク内探索ですむようメカの方を調整したい。

なお端点の探索と測長に要する時間は約 1.4 m 秒であった。C C D カメラより A/D 変換画像データを得るのに最大 33 m 秒必要であるが、トータルとして 0.05 秒以下であるため実用上問題のない時間である。

参考文献

- 安居院猛、中嶋正之：画像工学の基礎、昭晃堂
- 石田晴久：プログラミング言語 C、共立出版 1981
- 河西朝雄：Microsoft C 初級プログラミング入門、技術評論社 平成元年
- 河西朝雄：Microsoft C 実践級プログラミング入門、技術評論社 平成元年

定尺寸材料のきりだしに関する計算アルゴリズムについて

石野久美子*

要 旨

製造業界において定尺寸材料からの部品のきりだしを効率化することは重要な技術である。このためには、定尺寸材料をきりだすための計算をしなくてはならないが、この計算は、部品数が増すにつれ指数関数的に増える。このため従来は、シミュレーションによる近似計算がなされてきた。本研究においては、この計算を、定尺寸に対する最適値計算（ナップザック問題）とその最適値の中のどれを選ぶかという問題に分けた。前者の場合については、組み合わせ計算をするときの人間の思考を整理することによって最適解を求めた。後者の場合については、現場で実際部品のきりだしを行っているエキスパートの知識を利用することによって計算を行った。

1. 緒 言

製造業界において定尺寸材料からの部品のきりだしについての組み合わせを最適化あるいは準最適化することは、材料発注の合理化、材料の節約のために重要な技術である。しかし、現場において一度に扱うデータ量は100をこえる。全ての組み合わせについて計算し、最適解を求めるには、データ数が100の場合で組み合わせの数は $2^{100}-1$ 存在し、実用化に耐え難い。

そこでアルゴリズム的に工夫することにより、分単位での計算を可能にした。

2. エキスパートからの知識

定尺寸材料から部品を効率よく切り出す方法は、多種の業界において必要とされる技術である。この問題は、NP-完全問題として有名なびんづめ問題の一種である。この問題を解くにあたり、評価基準としたのは、部品を切り出した後の残りの合計を最小にすることである。このために、この種の問題を試行錯誤的に経験してきた現場の知識から、大きいサイズの部品を優先的に切り出してゆかないとあまりの合計が大きくなるという知識を利用した。つまり、大きいものを先にとり、次にその残りにあう大きさの部品をとっていくという方法である。これを組み合わせの生成におきかえると次のようになる。例えば、切り出したい部品が(100, 100, 100, 100, 100, 100, 100, 100, 100, 100, 800, 800, 800, 800, 800, 800, 800, 800)、定尺寸のサイズが900であった場合を考える。このとき小さいサイズの部品を優先してきり出した場合、きりしろが0であれば、きりだしの組み合わせは、(100, 100, 100, 100, 100, 100, 100, 100, 100, 100) (800) (800) (800) (800) (800) (800) (800) (800) (800) (800) となり、あまりの合計は900となる。しかし、大きいサイズの部品を優先してき

りだした場合の組み合わせは、(800, 100) (800, 100) (800, 100) (800, 100) (800, 100) (800, 100) (800, 100) (800, 100) となり、あまりの合計は0となる。

また、あまりの合計を最小にするという評価基準を個々の定尺寸に対する組み合わせを選択するときのあまりを最小にするという評価基準におきかえた。ここで、問題は、NP-完全問題として有名なナップザック問題におきかわる。この問題についての準最適計算の例には、遺伝的アルゴリズム^{[1][2]}があるが、本研究では扱うデータの特性を生かして最適計算を行なった。

3. 組み合わせ計算削除方法

ナップザック問題がNP-完全問題であるというのは部品の数が m 個存在するとき、その組み合わせの数が 2^m-1 個存在し、部品の数とともに指数オーダーで増加することにある。この問題を解くためには、不必要な計算を指数オーダーで削除してゆかなければならない。

この計算方法をイメージ化するにあたり図1.のような木を考えることにした。定尺寸の大きさを X 、部品を大きい順にソートしたものを $(a_m, a_{m-1}, a_{m-2}, \dots, a_1, \dots, a_{n-1}, \dots, a_1)$ とする。

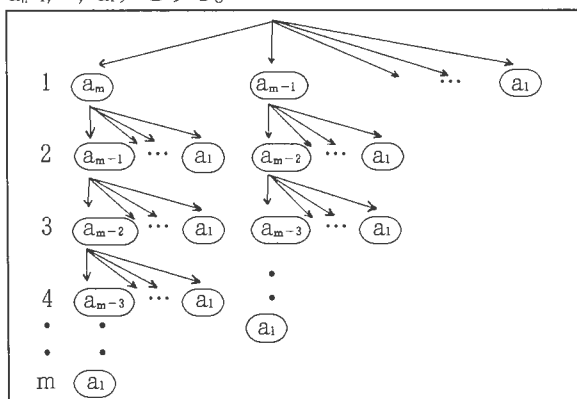


図1. 組み合わせ生成木

* 機械電子部

生成される組み合わせは、そのノードの要素をそのノードの上位ノードからなる組み合わせにつけ加えた組み合わせを生成する。このとき、 a_n のノードで生成された組み合わせの要素の合計が X を越える場合は、このノードより下位のノードについての組み合わせは加算値が定尺寸以上になるため不必要となる。このため、これ以下の計算は削除する。ここで削除される組み合わせの数は、 2^n-1 となり、指数オーダーで計算が削除される。これにより、本研究において扱った問題に対しては実用可能になった。具体例を図2.に示す。各ノードで生成される組み合わせをノードのかわりに示した。

組み合わせは右方に示す番号順に生成する。

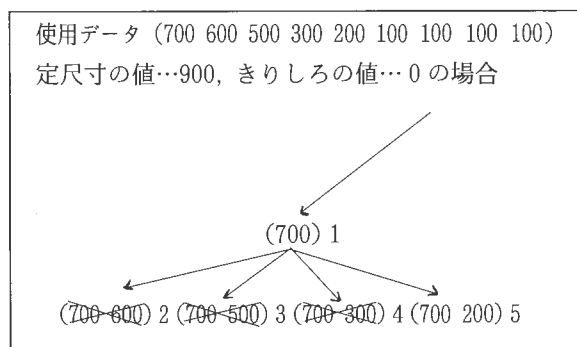


図 2. 組み合わせ作成例

この例では、 $(2^9-1=511)$ 511個の組み合わせが存在するが、定尺寸と加算値が等しい組み合わせが存在した場合は、5個の組み合わせについての計算に、等しい組み合わせが存在しない場合でも、52個の組み合わせについての計算に削減される。

この他にも計算を削減するために、以下の工夫をした。

- ・同寸法の部品の個数を最大で（定尺寸法の長さ／部品の長さ）に制限し部品の組み合わせを計算した。
- ・また、これによる部品数が前の組み合わせの計算に用いたものと同じ場合は、前に用いた組み合わせを用い同じ計算を繰り返さないようプログラムした。
- ・まず加算値が定尺寸と同寸法の組み合わせを計算し、それが無い場合のみそれ以下の組み合わせを計算した。
- ・この計算過程では、データの重なりによる同じ組み合わせが、前後して生成されやすい。このため、1つ前の部品の組み合わせと比較し、同じ場合は、その枝の組み合わせ計算は止めるなどデータの重なりによる組み合わせ計算の無駄を削減する工夫をした。

4. 全体のアルゴリズム

入力データ（きりだし部品）を大きい順にソーティングし、データを必要最小限にした後、組み合わせを再帰的に生成するようプログラムした。上で述べたように加算値が定尺寸を上回った時点でその下位の計算は、止めるようにした。また、組み合わせ計算は、加

算値が定尺寸と同寸法の組み合わせがみつければ、1つの定尺寸に対する計算は、そこで止めるようプログラムした。定尺寸と同寸法の組み合わせが存在しない場合は、 unnecessary組み合わせ計算は削除しながら全ての組み合わせを生成し、その中の最適値を選択する。1つの定尺寸の組み合わせが選択された後、そのデータを入力データから削除し、最小限のデータを作成しなおし、そのデータが前のデータと同じ場合は前の組み合わせを選択し、それ以外は同様の組み合わせ計算を行なうようプログラムした。プログラム開発は、EWS4800（NEC）を用い、言語はuti-lispを用いて行なった。計算結果は、図3.に示すとおりである。

5. おわりに

以上の工夫により図3.に示すような材木のきりだし計算は、数分で結果を出力できる。図3.の場合は、約5分で計算する。また、図3.のデータで材料の寸法が900、きりしろの寸法が0の場合は、約2分で計算する。しかし、同寸法のデータが少なく、定尺材料の寸法のオーダーが部品のオーダーよりかなり大きく、定尺寸と加算値が同寸法の組み合わせが存在しないなど、計算削減効果が少ない場合は、計算不可能と思われる。この場合は、データの個数などから判断させ、木の左下の組み合わせを準最適値として採用するなど工夫が必要である。この場合は、例えば、きりだし部品が(700, 400, 400, 400, 100)で、定尺寸材料の寸法が900、きりしろが0の場合、最適値を優先したときの組み合わせは、(400, 400, 100) (700) (400) となり、あまりは200, 500となるが、左下のデータを優先したときの組み合わせは、(700, 100) (400, 400) (400) となりあまりは、100, 100, 500となる。このため、あまりはできるだけ大きい形で残したいという希望には添えなくなることには注意する必要がある。

謝辞 本研究のため、EWSの環境設定を行って頂いた新山研究員、有益な助言を頂いた平田主査研究員、前田主査研究員、本研究に理解を示し研究環境を整えて下さった岡本チームリーダーに深く感謝致します。

参考文献

- (1) 北野宏明：遺伝的アルゴリズム，人工知能学会誌，Vol.7, No.1, pp. 26-37 (1992)
- (2) 宮沢丈夫：遺伝的アルゴリズムと最適化問題（後編），ASCI I, 1991, 7, pp. 325-332
- (3) 茨木俊秀：探索の高速化とその限界，人工知能学会誌，Vol.6, No.1, pp. 15-23 (1991)

ニューセラミックスの成形評価技術研究

田口 義章* 澤田 俊彦* 小畑 俊嗣*

要 旨

各種組成のアルミナ (Al_2O_3) とジルコニア (ZrO_2) を、CIPで成形後 1400, 1500, 1600℃ の各温度で常圧焼結を行い、それぞれの焼結体について焼結温度の機械的、物理的性質におよぼす影響について検討した。

その結果、曲げ強さ、硬度、ヤング率はいずれの組成でも1500℃ 焼結体が最も高い値を示し、ジルコニアの単独焼結体よりも高い値であった。

1. 緒 言

ニューセラミックスは、熱的機能、機械的機能、電磁的機能、光学的機能などの多くの優れた機能を持ち、現在の工業材料の分野に革命を起こし、大きな注目をあびている。

このうち、特にニューセラミックスの持つ耐熱性、耐摩耗性、高硬度、高弾性率に注目した構造材料は、エンジニアリングセラミックスや構造用セラミックスと呼ばれ、各種の材料開発が盛んに研究されている。

そこで、当センターにおいても、アルミナに、高硬度で高靱性のジルコニアを添加して焼結体の性質を改善するために検討を行った。

本報告は、それぞれの割合でジルコニアを添加したアルミナを、CIP成形後常圧焼結を行った焼結体についてそれぞれ、曲げ強さ、硬度、ヤング率の評価を行ったので報告する。

2. 実験方法

2. 1 原料の組成調整

原料は、表2に示す組成の(株)ミキ製陶社製のアルミナ粉と、表3に示す組成の共立窯業原料(株)製ジルコニア粉を用い、表1に示す5種類の割合に配合し試験に供した。

また、比較のためジルコニア100%品の試験も行った。

2. 2 粉体の成形

2. 1で調整した原料を、40mmφ×120mmLの円柱形ニトリルゴム型に充填し、冷間等方加圧装置(株)神戸製鋼所製Dr-CIP)により、圧力294MPa、保持時間3分で加圧して成形体を作成した。

2. 3 焼結

2. 2により作成した成形体を、電気炉(株)モトヤ

* 機械電子部

表1 原料の配合割合

(単位: wt%)

試料記号	アルミナ	ジルコニア
A	95	5
B	90	10
C	80	20
D	70	30
E	60	40
F	—	100

表2 アルミナの化学分析値

成 分	分析値 (%)
Al_2O_3	97.1
SiO_2	2.1
MgO	0.3
CaO	0.3
Fe_2O_3	0.05
TiO_2	0.05

表3 ジルコニアの化学分析値

成 分	分析値 (%)
ZrO_2	90.5
Y_2O_3	4.76
SiO_2	< 0.01
Al_2O_3	0.26
Fe_2O_3	< 0.01
Na_2O	< 0.01
I gloss	4.43

マ製KL-2030D)を用いて大気雰囲気下、1400、1500、1600℃の各焼結温度、保持時間2時間、昇温速度5℃/minで常圧焼結を行った。

2. 4焼結体の評価

2. 4. 1 曲げ強度の測定

焼結体をJIS-R-1601に適合した試験片(3mm×4mm×36mm)に作成し、オートグラフ(株式会社島津製作所製AG-100KND(W))を使用してクロスヘッドスピード0.5mm/min、支点間距離30mmで、3点曲げ試験を行った。

2. 4. 2 硬度の測定

曲げ試験に供した試験片を鏡面研磨した後、ビッカース硬度計(株式会社明石製作所製AVK-A)を使用して、荷重100Nで測定をした。

2. 4. 3 ヤング率測定

焼結体を3mm×9mm×60mmの大きさの試験片に加工して、新素材特性評価装置(日本メカトロン株式会社MS-Fyme)を使用してヤング率を求めた。

3. 結果と考察

3. 1 曲げ強度

焼結体の焼結温度と曲げ強さの関係を図1に示す。

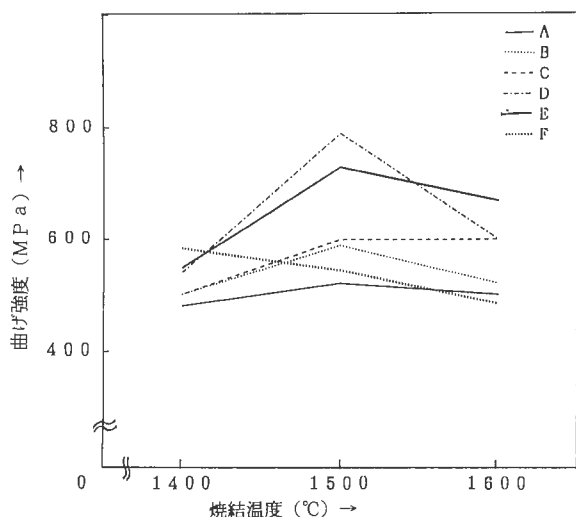


図1 焼結温度と曲げ強さの関係

図1からわかるように、焼結体の曲げ強さは、ジルコニア単独焼結体とは異なった挙動を示し、配合組成の試料においてはいずれも焼結温度1500℃において最も高い値を示した。

配合割合による強度の差異は、ジルコニアの割合が大きい試料D、Eが他の物に比べて高く、試料Dの1500℃焼結体が790MPaと最も高い値を示した。

これは、配合組成の試料については、焼結温度1400℃では焼結が完全に進まず、1600℃では、焼結温度が高すぎて内部に気孔が発生したため焼結体が脆くなり低い値を示したと考えられる。

また、アルミナにジルコニアを添加した焼結体とジルコニア単独焼結体を比較すると、焼結温度1500℃、1600℃では、ジルコニア単独焼結体よりもアルミナにジルコニアの添加した焼結体の強度が高くなっており、アルミナが存在することにより強度が向上した。

3. 2 硬度

焼結体の焼結温度と硬度の関係を図2に示す。

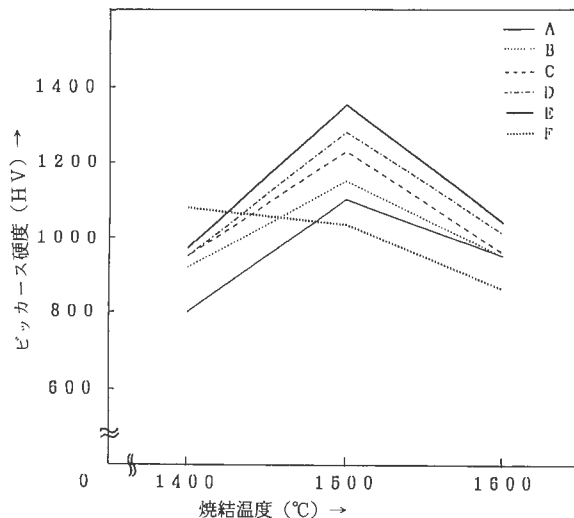


図2 焼結温度と硬度の関係

焼結体の硬度(HV)については、1400℃焼結体ではジルコニアの添加量の大きいものが高い値を示した。1500℃、1600℃、焼結体においては、アルミナにジルコニアを添加した焼結体が、曲げ強度と同様にジルコニア単独焼結体の方が高くなり、硬度は改善された。

焼結温度に対する影響では、曲げ強度と同様に配合組成の試料においては、1500℃焼結体がジルコニアの配合割合に関わらず最も高く、特に、試料Eでは1354という値を示した。

3. 3 ヤング率測定

焼結体の焼結温度とヤング率の関係を図3に示す。

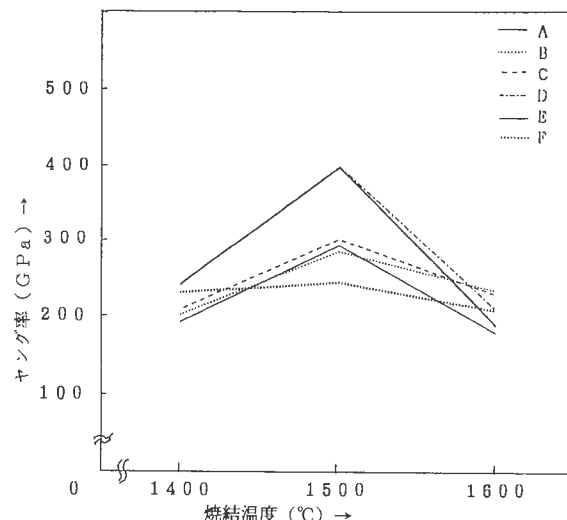


図3 焼結温度とヤング率との関係

ヤング率については、いずれの試料においても焼結温度1500℃焼結体が最も高い値を示した。

また、ジルコニアの配合割合が30%の試料Dと40%の試料Eは近い値を示し、1600℃焼結体を除いて他の試料よりもかなり高い値を示し、1500℃焼結体では、400 GPaと文献値¹⁾の320 GPaよりも高い値を示した。

アルミナにジルコニアを添加した焼結体とジルコニア単独焼結体を比較すると、ジルコニア単独焼結体については焼結温度による差異は余り見られず、焼結温度1500℃においては、アルミナにジルコニアを添加した焼結体の方が高くなっている。

4. ま と め

アルミナにジルコニアをそれぞれの割合で添加し、焼結温度1400、1500、1600℃で焼結し、それぞれの焼結体について、3点曲げ強度、硬度、ヤング率を測定した。

その結果、アルミナとジルコニアの配合焼結体は、3点曲げ強度、硬度、ヤング率ともに、1500℃焼結体が最も高い値を示し、ジルコニア単独焼結体よりも高い値を示した。特にアルミナ70wt%、ジルコニア30wt%配合試料や、アルミナ60wt%、ジルコニア

40wt%配合試料の1500℃焼結体が、他の焼結体よりも、3点曲げ強度、硬度、ヤング率ともに高い値を示した。

アルミナとジルコニアを配合し焼結することにより、アルミナ単独焼結体やジルコニア単独焼結体よりも、すぐれた機械的、物理的特性を持つ焼結体が得られた。

今回の試験研究に使用した設備機械は日本自動車振興会の競輪の収益により補助を受け購入設置を行った設備である。

参考文献

- 1) ニューセラミックス、著者 板野久夫
発行所 (株)パワー社
- 2) ハイテク・セラミックス工学
著者 D. W. Richerson
発行所 (株)内田老鶴圃
- 3) セラミックス辞典、日本セラミックス協会編
発行所 丸善株式会社
- 4) ファインセラミックスのおはなし
著者 奥田 博
発行所 財団法人 日本規格協会

セラミックス原料の調整法の研究 (Ⅱ)

小畑 俊嗣* 澤田 俊彦*

要 旨

マグネシウム－アルミニウムスピネル原料粉末合成において、有機金属化合物のマグネシウムエトキシエトキシドとアルミニウムイソプロポキシドを出発原料とする有機溶媒系合成と、硝酸マグネシウムと硝酸アルミニウムを出発原料とする水溶液系合成によって、それぞれ水酸化物混合粉体を合成し、これらの粉体を500、600、700℃でそれぞれ仮焼し、酸化物混合粉体を得た。

これらの原料粉体を、一軸加圧および静水圧等法加圧成形し、1500、1600、1700℃でそれぞれ焼成した結果、有機溶媒系合成で作成した粉体において、相対密度97%以上の焼結体を得た。

1. 緒 言

近年、新しい素材としてのニューセラミックス利用技術の発展により、原料粉体の調整が、粉体の焼結性や、焼結体の特性に大きく影響を及ぼすことが明らかとなり、種々の原料調整法の研究が精力的に進められている。

また、マグネシウム－アルミニウムスピネル (1) は、高温での透光性材料として注目されている。しかし、厳密な組成管理と微細な原料粉体が必要であり、原料の混合、成形体の作成、焼結にはホットプレス焼結等を行う等、困難を極めている。

本研究においては、組成管理が容易で均一性の高い有機溶媒系の溶液法により、焼結性の良い微細で均一な1の原料粉末を合成することを目的とした。

また、比較対照のため、硝酸マグネシウムと硝酸アルミニウムを出発物質とする水溶液系合成も行った。

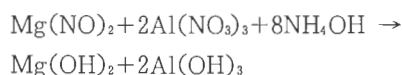
本報告では、合成方法、仮焼温度による粉体の特性と、それらの粉体の、焼成温度による1焼結体の密度の差異について報告する。

2. 実験方法

2-1. スピネル粉体の合成と評価

水系の合成は、1:2モル組成の硝酸マグネシウム6水和物と硝酸アルミニウム9水和物を出発原料として、希アンモニア水による中和反応により、水酸化マグネシウムと水酸化アルミニウムの共沈物(2)を得(式1)、水、アセトン、トルエンで充分洗浄後、乾燥させ、このとき凝集した粉体を乳鉢でかるく解砕しながら150μm開きのナイロンふるいを通し、原料粉体とした。

式1.



有機溶媒系の合成は、1:2モル組成のマグネシウムエトキシエトキシドのエチレングリコールモノエチルエーテル溶液とアルミニウムイソプロポキシドをトルエンに溶解した後、加水分解反応で2を得(式2)、脱水後トルエンで充分洗浄後乾燥し、水系合成と同様の操作で粉体を得た。

式2.



このようにして合成した2の粉体を、電気炉を用いて大気雰囲気下で500℃、600℃、700℃でそれぞれ仮焼し1の粉体を得た。

式3.



このようにして得られたそれぞれのスピネル粉体についてX線回折、粒度分布、密度、比表面積を測定した。

○X線回折分析

回転対陰極式X線回折装置において、4 Kw、100 mAで測定した。

○粒度分布の測定

レーザー回折式粒度分布測定装置により、水を分散溶媒として測定した。

○密度の測定

粉体をヘリウムガス置換定容積膨張式密度測定装置と水中重量法により体積を測定し、見掛け密度を求めた。

○比表面積の測定

粉体を窒素ガス吸着式比表面積測定装置により表面積を測定し、比表面積を求めた。

* 機械電子部

これらの粉体のX線回折分析の結果、1の回折線が認められ3式の反応が起こっていることが確認された。
なお、仮焼温度の高いものの方が結晶化が進んでい

た。
表1に、それぞれのスピネル粉体の特性を示す。

表1 スピネル粉体の性質

No	Sorce	C. Temp/h	A. Dens	Sp. Su. Ar	Calc. d.	Mode. d.	Med. d.
1	Inorganic Solt	600/1	2.498	145.0	8.3×10^{-3}	8.53	10.17
2	Organic Metal	700/2	2.407	166.8	7.5×10^{-3}	16.44	15.69
3	"	600/2	2.164	248.6	5.6×10^{-3}	20.65	17.89
4	"	500/2	2.199	278.8	4.9×10^{-3}	13.61	11.54

C. Temp/h : Calcination Tempreture (°C) /Keep Time (h), Heeting Rete 5°C/min

A. Dens : Apparant Density He Gus

Sp. Su. Ar : Specific Surface Area

Calc. d. : Calculated Diameter by Apparant Density and Specific Surface Area (μm)

Mode. d. : Mode Diameter (μm)

Mod. d. : Medium Diameter (μm)

2-2. スピネル粉体の成形、焼結及び、焼結体の評価

2-1で得たそれぞれのスピネル粉体を、19.6KPa (200kgf/cm²)で一軸加圧成形し、さらにCIP装置に

より392KPa (4 ton/cm²)で加圧後、昇温速度5°C/min、保持時間2時間で空気雰囲気中1500°C、1600°C、1700°Cでそれぞれ焼結した。

表2 焼結体の密度

No.	Composit	C. Temp/h	S. Temp/h	Be.Dens.	A.Dens.1	A.Dens.2	Bu.Dens.	R.Dens.
1	Aqua.1:1	600/2	1700/2	2.972	3.082	3.317	3.311	92.38
2	Org.1:1		1600/2	2.972	3.683	3.451	3.442	96.04
3			1500/2	2.972	3.338	3.524	3.521	98.24
4		700/2	1700/2	3.042	3.208	3.494	3.493	97.46
5		1600/2	3.042	3.349	3.514	3.509	97.91	
6		1500/2	3.042	3.324	3.554	3.551	99.08	
7		600/2	1700/2	2.858	2.962	3.527	3.503	97.74
8			1600/2	2.858	3.427	3.540	3.525	98.35
9			1500/2	2.858	3.275	3.568	3.555	99.19
10		500/2	1700/2	2.697	3.246	3.548	3.522	98.27
11			1500/2	2.697	3.322	3.568	3.545	98.91

C. Temp/h : Calcination Tempreture (°C) /Keep Time (h), Heating Rete 5°C/min

S. Temp/h : Sintering Templeture (°C) /Keep Time (h), Heating Rete 5°C/min

Be. Dens : Befor Sintering Apparent Density He Gus

A. Dens.1 : After Sintering Apparent Density He Gus

A. Dens.2 : After Sintering Apparent Density He Gus

Bu. Dens.1 : After Sintering Bulk Density He Gus

R. Dens.1 : Bu. Dens./3.584 (%)

これらの焼結体について、ヘリウムガス置換定容積膨張式密度測定装置と水中重量法により見掛け密度と嵩密度を求めた。
結果を表2に示す。

3. 結果及び考察

表1に示した粉体の粒子特性から次の事が考察できる。

レーザー回折式粒度分布測定装置での測定に用いた試料は、乳鉢による軽い解砕を行っただけの粉体であるため、粒子の大きさは予想された値よりかなり大きく、数個の一次粒子が凝集していると考えられる。実際、表1にも示すとおり、見掛け密度と比表面積から求めた値では全体にかなり小さく、粒子が真球、内部に気孔が無い、表面に凹凸が無い、粒子の大きさが同じ、というこの計算の仮定を差し引いても、小さすぎる値と言える。このことも、レーザー回折式粒度分布測定装置で求めた値は、数個の一次粒子が凝集集合した結果の値と考えられる。

しかし、別に分級のための予備実験を行い、粒子の凝集はpH9.8程度では起こらないという結果を得ていたので、アンモニア水でpHを調節して測定を行ったが、純水中とほとんど変わらない値を得た。

このことから、この粉体は、測定時に分散溶媒中で凝集したのではなく、溶媒除去乾燥過程において一次粒子の集合凝集が起こったと考えられる。

表2に、それぞれのスピネル粉体の加圧成形体と焼結品の密度を示したが、焼結前においても成形体の密度は、粉末状態での密度に比べて全体に大きくなっており、粉体が収縮しているのがわかる。

また粉末状態では無機塩を出発物質とする水溶液系合成の物が最も大きかったが、加圧成形により有機金属を出発物質とする有機溶媒系合成品の700℃仮焼品が最も大きくなっている。

これは、無機塩系の粉体は有機金属系の粉体に比べて、一次粒子は大きい集合凝集は余り進まないためであると考えられる。

焼結体の見掛け密度においては、ヘリウムガス置換定容積膨張式密度測定装置での値と水中重量法による値が異なり全体にガス置換の法が小さな値を示している。このことについては、ポアに浸入する粒子の大きさの差異で説明がつかず、今後詳細に検討する必要がある。

焼結温度に対する影響は、水中重量法では1500℃焼結品が最も高い値を示し、焼結温度が上がるに連れ見掛け密度が低くなり、仮焼温度も温度が上がるに連れ見掛け密度が低くなる傾向を示している。

また、全体に有機金属系の方が、無機塩系の物より高い値を示した。

しかし、ガス置換方式では1600℃焼結品が最も高い

値を示し、仮焼温度に対する影響はばらばらのプロットを示した。

嵩密度においては、仮焼温度の影響は余り見られず、焼結温度が高くなるにつれ密度がひくくなる傾向を示している。

また無機塩系の物より高い値を示した。

これらの有機金属系の焼成体の相対密度は、いずれも97%以上の高い値を示した。

4. ま と め

今回報告した実験では、無機塩系の物より密度の高いマグネシウム-アルミニウムスピネル焼結体を与える有機金属系の粉体作成ができたが、透光性の高い焼結体は得られなかった。

今後、粉体の乾燥方法だけでなく粉砕分球も含めた粉体合成と、その成形焼成法の検討を進める事が、課題となった。

最後に、多大な助言をいただいた、名工試構造材料課の神崎課長をはじめとする皆様に感謝いたします。

また、本報告の実験に使用した設備機器類は、日本自転車振興会の補助を受け購入設置しました。

5. 参考文献

- 1) 浜野健也, 他, 窯協, 85, 225-30 (1977)
- 2) 中川善兵衛, 他, 窯協, 90, 312-19 (1982)
- 3) 神崎修三, 他, 窯協, 91, 81-86 (1983)
- 4) 中川善兵衛, 他, 窯協, 91, 297-303. (1983)
- 5) J.G.M.BECHT, et al, Solid State Ionics, 32/33, 436-39 (1989)

概 要

ウェットホワイトシェービング屑からの ゼラチン製造に関する研究(概要)

元吉 治雄* 谷 正博** 白井 邦郎***

1. はじめに

アルミニウム (Al) 塩で前鞣したウェットホワイトは分割やシェービングが可能であることから、本鞣しのクロム鞣剤使用量が削減でき、またこれらの工程で発生する床や屑などの副産物がクロムを含まず高度利用が図れることが大きな利点である。本報告では、ウェットホワイトの加工工程で得られる副産物の有効利用を目的とし、先ずシェービング屑を主にゼラチン原料として利用するための基礎的な検討を行った。

2. 試験 No. 1

試料に用いたウェットホワイトシェービング屑 (WWS) は、皮質分89.2%、 Al_2O_3 含有量2.5%、pH4.0である。試験No.1では、酸浸漬前のアルカリ処理の有無、酸浸漬の酸の種類、酸添加量、酸浸漬液への塩添加の有無、酸浸漬の温度を要因とした。脱Al後のゼラチン抽出の前処理は水洗のみとした。脱Al後のWWSからのゼラチンの抽出は、60、75及び90℃の熱水を用いて各2時間ずつ段階的に行なった。No.1の試験結果から、単なる水洗のみでは30%しかAlを除去することができないが、アルカリ前処理後に酸浸漬する方法では90%前後が除去でき、またWWS中の蛋白質の97%を不溶のまま回収することができ、この方法はWWSの脱Alに有効であることが認められた。これに対し、酸処理だけでのAl除去率は40~90%であった。酸浸漬の温度が高すぎると処理中にWWSのゼラチン化が進行して蛋白質の回収率が低下した。未処理のWWSから抽出したゼラチンの分子量は、60℃区分では10万以上の成分が多く、高温区分では低分子成分の割合が増加し、90℃区分では高分子成分が非常に減少し4万以下にピークが見られた。水洗のみの場合の分子量分布もこれとよく一致しており、WWSを水に浸漬するだけではゼラチンの性質は大きく変化しないと思われる。

アルカリ前処理の影響が残っていると抽出残渣が多くなるが、ゼラチンの分子量分布は比較的狭く低分子成分が少なかった。酸処理だけの場合、抽出残渣は無いが分子量分布の範囲が広く、成分組成が不均一であった。残留している酸により抽出中にゼラチンの加水分解が進行したためと考えられる。

3. 試験 No. 2

試験No.1の結果から試験No.2では、酸浸漬だけでAl除去率と蛋白質回収率を高める条件を検討した。浴のpH、酸の種類及び酸浸漬液への塩添加の有無を要因とした。酸浸漬条件が抽出ゼラチンの性質に及ぼす影響を調べるため、No.2では脱Al後のWWSをpH7に中和してから熱水抽出を行った。No.2の試験結果から、塩を添加してpH2に保った液にWWSを浸漬することにより、Alの99%が除去でき、蛋白質回収率も90%以上と高く、酸浸漬だけで高い脱Al効果が得られることが認められた。pHを3にすると除去率が多少低下した。pH2と3いずれの場合も、塩を添加しないと除去率が低下するが、ギ酸の方が硫酸よりも低下が大であった。塩の添加の有無による蛋白質回収率の差異は明確でなかった。pH4ではAl除去率が約40%とpH2と3に比べ著しく低かった。この程度の酸性ではコラーゲンとAlの結合を切断するには不十分であるためと思われる。しかし、酸浸漬条件の違いによるゼラチン収率の差異は僅かで、いずれも約60%とNo.1より低かった。ゼラチン抽出時のpHを7に調整したため、酸性でのペプチド結合の加水分解が起こらなかったためと考えられる。このことはまた、60℃区分の分子量分布が比較的狭く、酸浸漬条件による差異がほとんど認められないことに反映していた。Al除去率の最も高い条件では、各抽出区分のゼラチンともAl混入量が0.02%以下とかなり低い値を示した。塩無添加の条件では、低温区分のゼラチンほどAl混入量が大であった。酸膨潤によりコラーゲンに取り込まれていたAlが、中和と熱変性によりWWSから溶脱するためと思われる。従って、酸浸漬に塩を添加することはAlの除去及び抽出ゼラチンへのAl混入抑制の両効果から重要であることが認められた。一方、WWSから未除去のAlの大部分はゼラチン抽出の残渣に存在したが、これはクロム鞣の屑からのゼラチン製造においてクロムが残渣に多く残るのと同じく、未除去の鞣剤はコラーゲンとの架橋結合が強いためと考えられる。

本報告は、平成3年9月にスペインで開催された第21回国際皮革技術者化学者学協会連合会で発表した。詳細な内容は講演テキストに掲載した。

* 皮革分場 ** 繊維木工部 *** 東京農工大学

皮革の風合い改善Ⅱ（概要）

（国際的に通用する皮革素材の研究開発）

－革の官能特性と化学組成及び機械的特性との関連性－

元吉 治雄* 石原 矩武*

1. はじめに

ヨーロッパ製品のネームバリュー及び開発途上国の低コストに対抗し、国内市場の確保と同時に海外市場を広げるためには、革素材の一層の品質向上を図らねばならない。革の品質特性として、機械的特性、染色堅ろう性なども重要であるが、消費者が革製品購入の際に最も考慮するのは視覚（色調、平滑性など）や触感（弾力性、柔軟性など）などの官能特性（風合い）であると言われている。そこで、平成2年度より（社）日本皮革産業連合会が通商産業省の補助を受けて本研究を実施している。昨年度は「風合い評価法」の文献調査、評価法の予備的検討、風合い改善のための鞣製試験、市販革の調査などを行った。

本年度は、各種用途革について官能特性と化学組成及び機械的特性との関連性を検討した。

2. 試 験

昨年度試作した供試革を視覚による柔軟性を基準として、羊・鹿（D）、かなりソフト（SS）、ソフト（S）、ハード（H）及びかなりハード（HH）の5グループに分類し、各グループごとに官能検査、機械的特性の測定及び化学組成の分析を行った。

官能検査は熟練者7名により柔軟性、腰・弾力性、膨らみ、ぬめり感、銀面の平滑性及び銀面のシボの状態について、シェッフエの一対比較法に基づいて評価した。機械的特性は厚さ、引張強さ、7 kg荷重時の伸び、切断時の伸び及び引裂強さをJIS K 6550、5 mm高時の荷重、銀面割れ荷重及び高さをJIS K 6548に準じて測定した。化学組成はJIS K 6550に準じて、水分、全灰分、脂肪分、皮質分、Cr₂O₃、無機物、結合タンニン、pH及び液中熱収縮温度を測定した。

3. 結 果

各グループの官能検査の評価値を解析し、再鞣や加脂方法の主効果に高度の有意性を認めたが、判定者間

にも有意性があり、個人差がかなり存在することも認められた。判定者による評価値の変動は、HとHHのように硬いタイプのグループで大きいことから、柔軟な革よりも厚く腰・弾力性のある革の判定に個人差が出現しやすいと考える。柔軟性と腰・弾力性には相反する相関性が、またあるグループでは柔軟性とぬめり感に相関性が認められたが、革のタイプにより異なるところもあるため、引き続き検討が必要である。

化学組成は革素材のタイプにより大きく変動したが、これは再鞣加脂工程の相違が大きく影響している。官能検査との関連性は脂肪分と結合タンニンの変動に左右され、柔軟なタイプは脂肪分そして硬いタイプは結合タンニンの変動が大きく影響すると考えられる。また、脂肪分は引張強さ、引裂強さ、7 kg荷重時の伸び及び切断時の伸びなど、革の強度と伸びの指標を増大させる傾向が認められる。

機械的特性も革素材のタイプにより大きく変動したが、官能検査の柔軟性、腰・弾力性、などに対して全グループで厚さが関連性を示した。HとHHでは7 kg荷重時の伸びと柔軟性の間に相関性が認められ、7 kg荷重時の伸びが大きいほど柔軟性の評価が高くなる傾向がある。

繊維製品の官能特性の評価用に開発されたKES-F測定システムによりDグループの測定を行い、官能検査との関連性を検討したが、繊維で行われている風合い値と革で行っている風合い値ではかなり差異があり、さらに検討が必要であることが判明した。

4. ま と め

革素材の官能特性の数値化を目的に、化学組成及び機械的特性との関連性について検討したが、全ての種類の革に共通する明確な結論を見出すことはできなかった。しかし、検討を積み重ねることによりある程度の相関性を求めることが可能になると考える。

本事業には公設皮革試験研究機関および日本皮革技術協会が協力した。詳細については、（社）日本皮革産業連合会から事業報告書として発表される。

* 皮革分場

アミノホスファゼンを硬化剤に用いた エポキシ樹脂の合成 (概要)

久保田静男* 伊藤 修* 下林 則夫**

1) 先にアミノホスファゼン化合物による繊維の耐久性難燃化について報告した¹⁾。Kumarら²⁾はP-アミノフェノキシシクロトリホスファゼンをエポキシ硬化剤に用いて耐熱性樹脂を合成している。また山本ら³⁾はジアミノテトラフェノキシシクロトリホスファゼン (APP) によるエポキシ樹脂の硬化を報告している。しかし難燃性については報告されていないので、種々アミノホスファゼン化合物を硬化剤に用い、エポキシ樹脂の難燃化を検討した。

2) APPは日本曹達(株)製成品を用いた。ジアミノテトラクロロシクロトリホスファゼンは文献により合成し、そしてピリジン中で2, 3-ジブロモプロパノールを反応させて、ジアミノテトラ (2, 3-ジブロモプロポキシ) シクロトリホスファゼン (ABPP) を得た。元素分析、IR、¹H、¹³C NMRにより同定した。他のアミノホスファゼン化合物はトリエチルアミンを用いて合成した。エポキシプレポリマーはビスフェノールA-エピクロロヒドリン型 (エピコート

828、エポキシ当量188 g/eq.)、臭素化ビスフェノールA型 (エピコート1045、エポキシ当量462 g/eq.)、共に油化シェルエポキシ(株)製を用いた。硬化剤はアミノホスファゼン化合物単独あるいはこれとジアミノジフェニルメタン (DDM) を1/2当量ずつ混合して用いた。難燃性は限界酸素指数 (LOI) 法により測定した。

3) Tableに得られたエポキシ樹脂のLOI、動的粘弾性を示す。Tableより、アミノホスファゼン化合物によりエポキシ樹脂は難燃化された。特にABPP硬化樹脂のLOIは高かった。そしてAPPによりTgが高くなった。

- 1) S. Kubota et al., Pacific Polymer Preprints, **1**, 145 ('89); 繊維学会予稿集, 1990, S-222.
- 2) D. Kumar et al., J. Polymer Sci., Part A: Polymer Chem., **24**, 2415 ('86).
- 3) 山本ら, 高分子論文集, **45**, 851 ('88).

Table LOI, E', E'', and tan δ of modified epoxy resins
cured with aminophosphazenes (10Hz)

Epoxy resin (parts)	curing agent (parts)	LOI	E' 30°C dyn/cm ²	E'' 30°C dyn/cm ²	E'' peak tem.°C	tan δ peak tem.°C
Epikote 828 (10)	DDM (2.64)	25.4	1.73×10^{10}	4.08×10^8	162	174
Epikote 828 (10)	TETA (1.30)	21.1	2.15×10^{10}	1.21×10^8	107	128
Epikote1045 (10)	DDM (1.07)	28.1	5.70×10^9	3.40×10^7	154	162
Epikote 828 (10)	(DDM (1.32) ABPP (6.88))	48.2	1.28×10^{10}	1.35×10^8	109	110, 177
Epikote 828 (10)	(DDM (1.32) APP (3.59))	28.1	8.49×10^9	2.24×10^8	174	189
Epikote 828 (10)	APAE (6.27)	28.1	1.95×10^{10}	2.22×10^8	103	142
Epikote 828 (10)	TATA (8.89)	27.2	1.12×10^{10}	3.23×10^8	125	164
Epikote 828 (10)	HABP (6.50)	26.3	1.57×10^{10}	3.78×10^8	170	184

DDM; diaminodiphenylmethane TETA; Triethylenetetramine ABPP; diaminotetra (2,3-di-bromopropoxy) cyclotriphosphazene APP; diaminotetraphenoxycyclotriphosphazene APAE; diaminodiphenoxydi (2-aminoethylamino) cyclotriphosphazene TATA; trianilino-tri (4-(4'-aminobenzyl) phenylamino) cyclotriphosphazene HABP; hexa (4-(4'-aminobenzyl) phenylamino) cyclotriphosphazene

カリックス[4]キノンとカリックス[4]ヒドロキノンの合成とそのNMR挙動 (概要)

谷口 久次* 野村 英作* 森田 豊** 阿河 利男**

カリックスアレーンはp-置換フェノールとホルムアルデヒドの縮合反応によって得られる環状化合物である。この種の化合物は酵素類の働きの可能性のため、最近、極めて注目をあびている化合物である。

我々は、カリックスアレーンに関する Gutsche の初めての論文が出版されて以来、カリックスアレーンに関する研究を続けている。

今回、カリックス[4]キノンとカリックス[4]ヒドロキノンを初めて合成したのでその合成方法を報告する。

まず、3つの合成経路を考えた。第1と第2の経路は我々の論文¹⁾に詳しい。ここでは、第3の経路について述べることにする。下のスキームに示すように、まず、カリックス[4]アレーン(1)に塩化4-カルボキシベンゼンジアゾニウムをカップリングさせて、アゾ化合物(9)を得た。この反応の収率は100%であっ

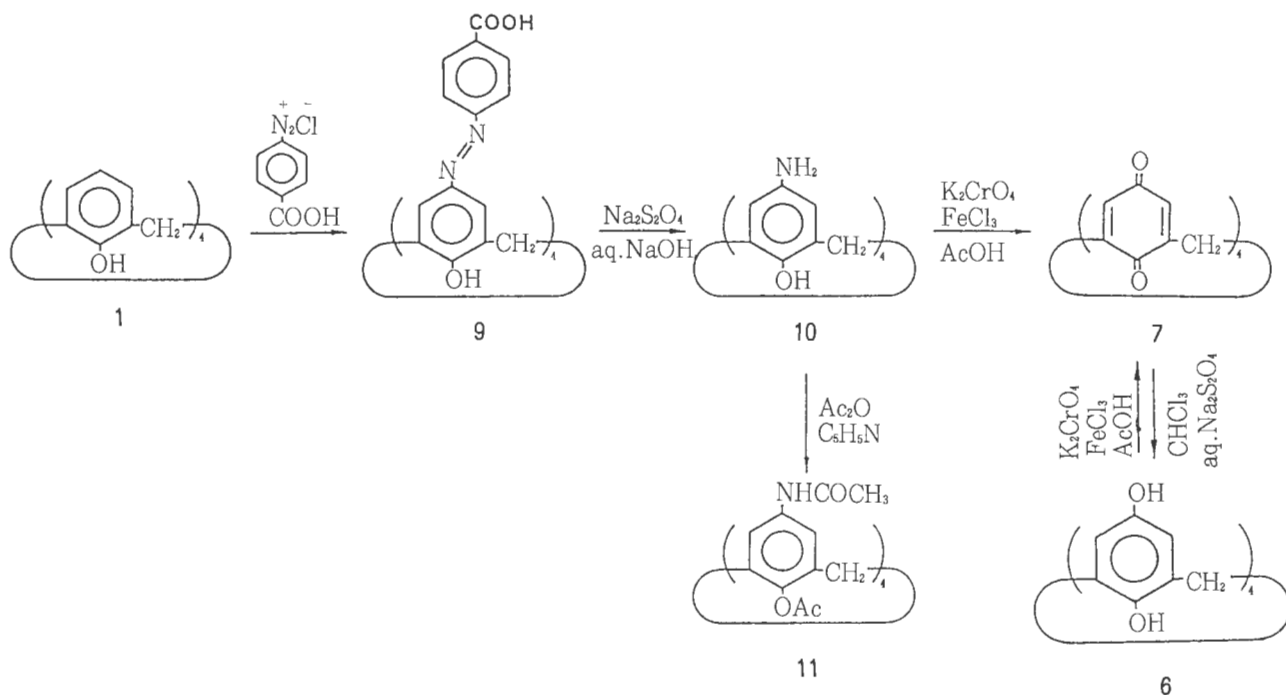
た。9は水によく溶ける。これを水溶液中で還元して、10を得た。10は空気中では非常に不安定であり、数時間で黒く変色した。そこで、10の確認は10をピリジン中でアセチル化することにより行った。アセチル化体(11)のNMR、IR、元素分析によりその構造を確認した。10は容易に酸化されてカリックス[4]キノン(7)を与えた。1からのトータル収率は95%である。7をハイドロサルファイトで還元すると93%でカリックス[4]ヒドロキノン(6)が得られた。

6, 7のNMR挙動を詳しく検討した。それは上記論文¹⁾に詳しい。

文 献

- 1) Y. Morita, T. Agawa, E. Nomura, and H. Taniguchi, J. Org. Chem., **57**, 3658, (1992).

Scheme



金属破壊原因調査研究（概要）

— ステンレスボルト破壊原因調査 —

中村 高*

1. はじめに

本件は、染色整理機械の一部で、フランジ締付け用スタッド溶接ボルトが機械使用中に破損、原因調査結果が得られたので報告する。

2. 概 況

ローラー支持用フランジ締付けボルトはSUS316、 $t = 2\text{ mm}$ にスタッド（SUS304）溶接されフランジ固定のためナットにて締付けられている。

内側環境としては、塩・苛性、ハイドロサルファイト等を含有した104℃の蒸気環境下で使用されている。

今回の破損は、Fig 1 の場所による、Photo 1 破面外観を呈する破損である。

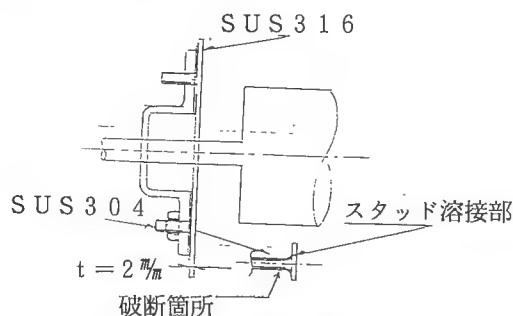


Fig 1 破断概況

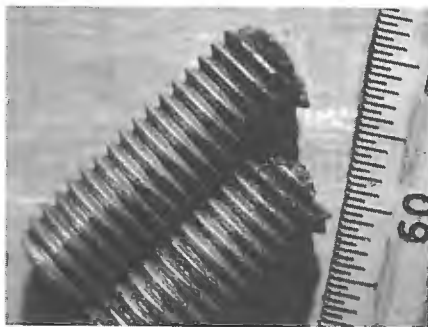


Photo 1 破面外観

3. 破壊原因の推察

3-1 ボルト及び本体材質は化学成分分析の結果はJIS規格のSUS304及びSUS316に適合。

3-2 SEMによる破面観察：ボルト及び取付板は赤褐色の錆及び付着物で若干問題はあったが、除錆処理後SEM観察の結果Photo 2 の脆性並びに応力腐食破面が観察された。

3-3 破面の顕微鏡組織観察：Photo 2 から溶接熱影響部ではCr炭化物が結晶粒界に析出していると同時に、胴部及びネジ山部に応力腐食割れの典型的な貫粒割れ現象が観察できた。

以上の結果より本破壊現象は、応力腐食割れ現象とボルトの過大締付けによるボルトの脆化が相乗効果をなして生じた破壊と断定。

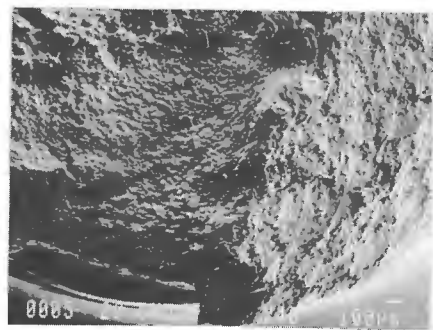


Photo 2 破面SEM観察

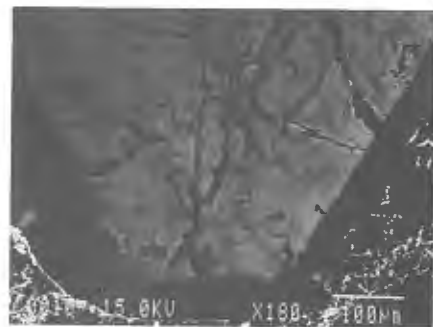


Photo 3 顕微鏡組織

4. 考 察

オーステナイト系ステンレス鋼の応力腐食割れを防止する対策としては、応力の緩和と腐食の抑制が必須条件で、とくに残留応力緩和は、溶接後の応力除去熱処理によりなされる。

処理に当たってはCr炭化物の粒界析出をまねき、粒界腐食あるいは粒界・粒内形の応力腐食割れを起こす危険性を持っているため熱処理条件の設定は充分考慮する必要がある。

また、材料の選択についてはC含有量が少ないほど腐食は起こりにくく、C含有量が固溶限以下である場合にはCr炭化物は析出しない。

* 機械電子部

画像解析システムを利用した 計測の事例研究（概要）

林 健太郎*

システム金属顕微鏡、実体顕微鏡、画像処理装置等を利用した計測事例を紹介する。画像処理装置はイメージプロセッサ、カラーモニター、ホストコンピュータ、カラーTVカメラのほかビデオプリンター、ビデオレコーダーなどのハードウェア構成となっており、カラー画像をTVカメラより入力して、カラー画像処理をしたり、2値化処理をして計測するものである。

事例1 X線透過写真による欠陥計測

銀ろう付技術検定においては、連続する欠陥（ボイド）の長径（板幅方向、重ね方向）測定と欠陥面積の総和の測定が必要である。X線透過写真でボイドの長径測定は比較的簡単に測定できるが、欠陥形状は複雑であるため面積を求めるには非常に手間がかかる。しかし画像処理により簡単に測定できた。

（処理手順） 原画は写真1に示すように背景に濃淡があるため単純には2値化ができない。今回行った一連の手順は、①実体顕微鏡透過照明像の濃淡画像積分入力、②シェーディング補正、輪郭強調、これらの画像間演算、濃度変換等の濃淡画像処理、③実寸法の入力、④濃淡レベルスライスによる2値化、⑤原画像との比較による2値画像処理、微小粒子除去（図1）、⑥特微量として実面積、X方向・Y方向のフェレ径の計測、⑦結果の印刷またはファイル書き込みである。

（結果及び考察） 処理手順は自動処理できるが、原画像に一致させるにはある程度マニュアル操作が必要で、原画像の取り込み条件にかなり左右されることがわかった。計測結果を表1に示すが、目的とする計測精度には充分であり、面積計算には有力な手法である。

写真1 X線フィルム原画像（実寸法：40mm×30mm）



事例2 カラー画像処理による色分布の測定

水色と透明色よりなる高分子系の粒子においてこれら2色の割合を測定した。暗視野照明でのカラー画像入力が最もよい結果を示した。水色の色彩距離変換処理による2値画像を、粒子の2値画像でマスキングし、白黒比として計測した。2値画像は目視像にはほぼ一致するので、結果は信頼できると思われる。

事例3 粒度分布計測

砥粒の粒度分布計測を試みたが、粒子同士の接触部分の分離がむづかしいが（円形なら可能）、よい画像が得られれば計測は簡単である。

これら画像計測に於て画像入力がひとつのキーポイントとなるが、自動処理もでき、かなり利用できると思われる。なお、これらの装置は平成3年度日本自転車振興会補助による設備である。

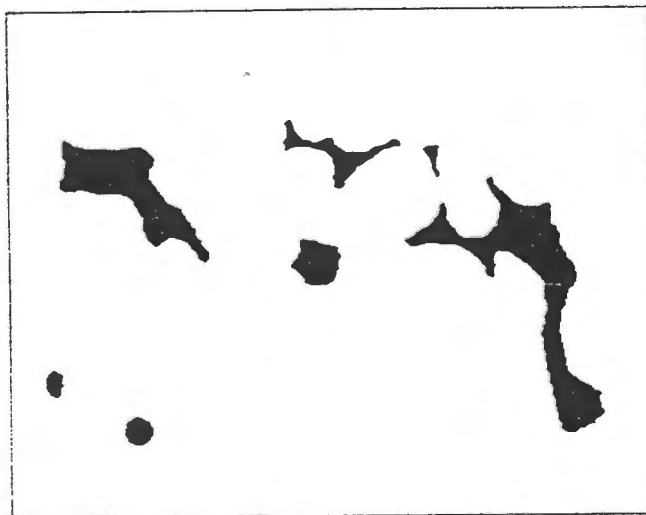


図1 2値化処理画像（ハードコピー）

表1 2値化処理による画像計測結果

No.	欠陥面積(mm ²)	板幅方向長さ(mm)	重ね方向長さ(mm)
1	6.06	6.77 (7.0)	4.11 (4.0)
2	23.04	8.83 (9.0)	7.37 (7.5)
3	0.85	0.94 (1.0)	1.97 (2.0)
4	36.89	11.57 (11.5)	15.26 (15.5)
5	5.74	2.91 (3.0)	2.83 (3.0)
6	1.37	1.11 (1.0)	1.71 (1.5)
7	2.28	1.71 (1.5)	1.80 (2.0)
結果	合計 76.23	最大 11.57	最大 15.26

※ 計測順は図1の上方から下へ、()はルーペによる測定

* 機械電子部



外部発表リスト

1) 口頭発表

発表題目	機関名(場所)	発表者	発表日
① 断面長円形だばによる接手の引抜き抵抗	日本木材学会(名古屋大学)	浦野健三、池際博行	4/2
② アミノホスファゼン化合物を硬化剤に用いたエポキシ樹脂の合成	第40回高分子学会 (京都)	久保田静男、伊藤 修 前田育克	6/1
③ 低温プラズマを利用した繊維の耐久性難燃加工	繊維学会(東京)	久保田静男、伊藤 修 辻本裕等(敷島紡績㈱)	6/26
④ 尿素樹脂-ジメタクリレート系ポリマーアロイの合成	第37回高分子学会 (神戸)	伊藤 修、久保田静男	7/12
⑤ 新規梅酒の製造技術に関する研究	日本醸造学会(東京)	高辻 渉	9/6
⑥ ジクロロカルベン反応におけるタコ型カリックスアレーンの触媒作用	日本化学会 第62秋季年会(札幌)	野村英作、谷口久次、 大辻吉男(大阪府立大学)	9/2
⑦ KMnO_4 による酸化反応におけるタコ型カリックスアレーンの触媒作用	日本化学会 第63春季年会(東大阪)	野村英作、谷口久次、 大辻吉男(大阪府立大学)	3/30
⑧ PRELIMINARY INVESTIGATIONS ON THE PREPARATION OF GELATIN FROM SHAVINGS OF WET WHITE HIDES	INTERNATIONAL UNION OF LEATHER TECHNO. AND CHEM. SOC. (バルセロナ)	元吉治雄	9/25
⑨ 市販革の官能特性と機械的性質の関連性	日本皮革技術協会(東京)	石原矩武	11/1
⑩ カラーチャートを用いた配色加工とCGへの応用	日本色彩学会関西支部 (大阪)	大萩成男	2/21
⑪ 公設研究機関におけるCAIの取り組み状況	CAI学会研究会 (名古屋電子計算機専門学校)	石野久美子	1/26

2) 誌上発表

① Catalytic Ability of Octopus Type Calixarene in the Formation of Esters from Alkyl Halides and Alkyl Metal Carboxylate 著者: Eisaku Nomura、Hisaji Taniguchi、Kouichi Kawaguchi、Yoshio Otsuji 雑誌名: Chemistry Letters pp.2167-2170 (1991)
② PRELIMINARY INVESTIGATIONS ON THE PREPARATION OF GELATIN FROM SHAVINGS OF WET WHITE HIDES 著者: Haruo MOTOYOSHI、Masahiro TANI、Kunio SHIRAI 雑誌名: International Union of Leather Technologists and Chemists Societies, XXI Congress 1991
③ 技術教育におけるCAIの可能性 著者: 石野久美子 雑誌名: CAI学会誌 Vol.8 No.4 November 1991

3) 総説、解説

① 和歌山市における染色廃水の現状と法規制

著 者：中岡元信

雑誌名：加工技術 Vol.27, NO.3 (1992)162-163

4) 出願した工業所有権

発明（考案）の名称	発 明 者	出願日	出願番号	備 考
特許 エステル類の製造方法	谷口久次、野村英作、中川和城* 川口幸一* *三木理研工業(株)	3.8.12	3-201946	共同出願
特許 尿素樹脂系複合材料	伊藤 修、久保田静男	3.8.27	3-215061	
特許 バニリンの製造方法	谷口久次、野村英作、築野卓夫** 南 晴康**、加藤浩司**、田中靖久** 林千恵子** * *築野食品工業(株)	4.1.29	4-13858	共同出願
特許 フェルラ酸誘導体、 その製造方法及び 紫外線吸収剤	谷口久次、野村英作、築野卓夫** 南 晴康**、加藤浩司**、田中靖久** 林千恵子** * *築野食品工業(株)	4.1.29	4-13859	共同出願

平成4年9月8日印刷

平成4年9月18日発行

和歌山県工業技術センター研究報告（平成3年度）

編集・発行 和歌山県工業技術センター

和歌山市小倉60番地

TEL (0734) 77-1271 FAX (0734) 77-2880

皮革分場

和歌山市雄松町3丁目45番地

TEL (0734) 23-8520 FAX (0734) 26-2074

印刷所 阪口印刷所



WAKAYAMA
INDUSTRIAL
TECHNOLOGY
CENTER

未来に結ぶ技術の架け橋
和歌山県工業技術センター